



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102659392 A

(43) 申请公布日 2012. 09. 12

(21) 申请号 201210120341. 3

(22) 申请日 2012. 04. 24

(71) 申请人 中国铝业股份有限公司

地址 100082 北京市海淀区西直门北大街  
62 号

(72) 发明人 李晋峰 王锦 王舟 杨洪山

(74) 专利代理机构 中国有色金属工业专利中心  
11028

代理人 李迎春 李子健

(51) Int. Cl.

*C04B 35/10* (2006. 01)

*C04B 35/622* (2006. 01)

*C04B 22/12* (2006. 01)

*C04B 22/08* (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 4 页

(54) 发明名称

一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法

(57) 摘要

一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法，涉及一种适合于制备色泽鲜亮的高铝黑色陶瓷的煅烧氧化铝粉的制备方法。其特征在于其制备过程是将活性氧化铝与黑色氧化物的盐溶液按比例混合、烘干，并加入能够细化晶粒的添加剂并混合均匀，混合后的粉体装入坩埚，入高温窑炉煅烧，得到黑色煅烧氧化铝，粉磨黑色的煅烧氧化铝制得黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉。本发明的方法通过活性氧化铝与黑色氧化的盐溶液均匀混合，增大反应面积，增加反应活性。同时加入细化晶粒的添加剂在合适的温度下煅烧成黑色粉体，氧化铝和黑色氧化物形成不连续固溶体，在陶瓷烧结中能稳定存在，显色均匀。烧结活性高、适合于低温烧结，操作方便。

1. 一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于其制备过程是将活性氧化铝与黑色氧化物的盐溶液按比例混合、烘干,并加入能够细化晶粒的添加剂并混合均匀,混合后的粉体装入坩埚,入高温窑炉煅烧,得到黑色煅烧氧化铝,粉磨黑色的煅烧氧化铝制得黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉。
2. 根据权利要求1所述的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于所述的活性氧化铝为  $\rho$ -氧化铝或者  $\gamma$ -氧化铝。
3. 根据权利要求1所述的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于活性氧化铝的比表面积在  $80\sim 270\text{m}^2/\text{g}$ 。
4. 根据权利要求1所述的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于黑色氧化物的盐溶液是锰盐、钴盐、钒盐中的一种盐或多种盐的混合物。
5. 根据权利要求1所述的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于黑色氧化物的盐溶液是氯化盐或硝酸盐。
6. 根据权利要求1所述的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于黑色氧化物的锰盐的加入量为活性氧化铝质量的  $0.5\%\sim 2\%$ 。
7. 根据权利要求1所述的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于黑色氧化物的盐溶液的质量配比为黑色氧化物盐 : 水 = 1 : 2。
8. 根据权利要求1所述的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于活性氧化铝与黑色氧化物的盐溶液混合后,在  $105^\circ\text{C}\sim 110^\circ\text{C}$  温度下烘干。
9. 根据权利要求1所述的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于细化晶粒的添加剂为碱式碳酸镁和氯化铵的一种或两种的混合物。
10. 根据权利要求1所述的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于氯化铵的加入量为活性氧化铝质量的  $0.1\sim 1\%$ , 碱式碳酸镁的加入量为活性氧化铝质量的  $0.1\sim 0.5\%$ 。
11. 根据权利要求1所述的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于均匀混合物料的设备是三维混料机。
12. 根据权利要求1所述的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于煅烧氧化铝的煅烧温度为  $1250^\circ\text{C}\sim 1350^\circ\text{C}$ , 保温  $1\sim 6$  小时。
13. 根据权利要求1所述的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于煅烧后的黑色粉体的粉磨设备为振动磨或机械搅拌球磨设备。

## 一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法

### 技术领域

[0001] 一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,涉及一种适合于制备色泽鲜亮的高铝黑色陶瓷的煅烧氧化铝粉的制备方法。

### 背景技术

[0002] 高铝黑色陶瓷主要用于半导体集成电路的封装管壳等,是以 $Al_2O_3$ 为主体( $Al_2O_3$ 含量占总质量的90%以上)的瓷制品,因而具有遮光性、气密性好、抗辐射强、高强度、高硬度、抗磨损、耐高温、绝缘性好、抗酸碱等一系列优越性能,且其价格便宜,原料易得,可靠性高,越来越广泛于军工产品和民用产品中,其一些不可替代的特点使其具有广泛的市场前景和发展空间。目前,黑色氧化铝陶瓷的制备方法主要是:普通煅烧氧化铝粉(中位粒径在 $2\sim 4$ 微米)加着色剂以及陶瓷烧结助剂在高温下( $1450^\circ C\sim 1580^\circ C$ )烧结制备得到。这种制备方法烧结温度高,导致着色氧化物会有部分未参与烧结反应而挥发跑掉,因而产品色泽不均匀,成品率不高,达不到生产要求,在生产中造成一定的浪费以及成本上升。

[0003] 为解决这一难题,大多厂家极力优化陶瓷组成配方,有些厂家使用高效研磨手段来提高煅烧氧化铝粉体的烧结活性,或者用更高成本的亚微米粉体等。在提高了成本的同时,对烧结温度的降低作用效果不大,烧成产品颜色及成品率提高不多,达不到理想要求。而目前没有厂家从改变煅烧氧化铝粉体颜色、稳定着色氧化物的高温物态着手。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的是针对上述已有技术存在的不足,提出一种产品颜色黑亮、烧结活性高、适合于低温烧结,操作方便的黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法。

[0005] 本发明的目的是通过以下技术方案实现的。

[0006] 一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于其制备过程是将活性氧化铝与黑色氧化物的盐溶液按比例混合、烘干,并加入能够细化晶粒的添加剂并混合均匀,混合后的粉体装入坩埚,入高温窑炉煅烧,得到黑色煅烧氧化铝,粉磨黑色的煅烧氧化铝制得黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉。

[0007] 本发明的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于所述的活性氧化铝为 $\rho$ -氧化铝或者 $\gamma$ -氧化铝。

[0008] 本发明的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于活性氧化铝的比表面积在 $80\sim 270m^2/g$ 。

[0009] 本发明的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于黑色氧化物的盐溶液是锰盐、钴盐、钒盐中的一种盐或多种盐的混合物。

[0010] 本发明的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于黑色氧化物的盐溶液是氯化盐或硝酸盐。

[0011] 本发明的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于黑色氧化物的锰盐的加入量为活性氧化铝质量的 $0.5\sim 2\%$ 。

[0012] 本发明的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于黑色氧化物的盐溶液的质量配比为黑色氧化物盐:水=1:2。

[0013] 本发明的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于活性氧化铝与黑色氧化物的盐溶液混合后,在 105℃~110℃温度下烘干。

[0014] 本发明的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于细化晶粒的添加剂为碱式碳酸镁和氯化铵的一种或两种的混合物。

[0015] 本发明的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于氯化铵的加入量为活性氧化铝质量的 0.1~1%,碱式碳酸镁的加入量为活性氧化铝质量的 0.1~0.5%。

本发明的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于均匀混合物料的设备是三维混料机。

[0016] 本发明的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于煅烧氧化铝的煅烧温度为 1250℃~1350℃,保温 1~6 小时。

[0017] 本发明的一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其特征在于煅烧后的黑色粉体的粉磨设备为振动磨或机械搅拌球磨设备。

[0018] 本发明的方法通过活性氧化铝与黑色氧化的盐溶液均匀混合,增大反应面积,增加反应活性。同时加入细化晶粒的添加剂在合适的温度下煅烧成黑色粉体,因为在煅烧过程中,氧化铝和黑色氧化物形成不连续固溶体,在陶瓷烧结中能稳定存在,显色均匀。而且有细化晶粒的添加剂的作用,再次烧结的活性有所提高,对于降低陶瓷的烧结温度有一定的作用。

### 具体实施方式

[0019] 一种黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉的制备方法,其制备过程是将活性氧化铝与黑色氧化物的盐溶液按比例混合、烘干,并加入能够细化晶粒的添加剂并混合均匀,混合后的粉体装入坩埚,入高温窑炉煅烧,得到黑色煅烧氧化铝,粉磨黑色的煅烧氧化铝制得黑色陶瓷用煅烧氧化铝粉。

[0020] 本发明包括以下步骤:

a:将活性氧化铝与黑色氧化物的盐溶液 0.5~2%的锰盐,0.5~2%的钴盐,0.5~2%的钒盐均匀混合,烘干;

b:烘干物料加入细化晶粒的添加剂 0.1~1%的氯化铵,0.1~0.5%的碱式碳酸镁;

c:将混合的物料加入到球磨罐中,加入大约物料量的一半的刚玉球,混合大约 30 分钟;

d:混合均匀的物料倒入坩埚,放入炉膛;

e:在 1250℃~1350℃的温度下保温时间为 1~6 小时进行烧成。

[0021] f:烧成粉体在振动磨或者搅拌磨中粉磨即得成品。

[0022] 下面结合实例对本发明做进一步说明。

[0023] 实施例 1

以工业氧化铝(即  $\gamma$ -氧化铝)(中国铝业股份有限公司郑州研究院,比表面积为 110  $m^2/g$ )为原料,首先将 1000g  $\gamma$ -氧化铝与 10 克氯化锰、20 克氯化钴、60 克水的混合溶液,混合搅拌,在 105℃的烘箱中烘干,再加入 5 克氯化铵、2 克碱式碳酸镁,倒入加有约 500 克

球的球磨罐中混料 30 分钟。取出装入坩埚,放入高温炉在 1330℃煅烧 2.5 小时。烧成粉体在搅拌磨中粉磨,得到黑色的  $\alpha$  -氧化铝粉体。产品颜色为黑色,转化率为 95.0%,原晶大小为 0.9~1.1 微米。

#### [0024] 实施例 2

以水硬性氧化铝(即  $\rho$  -氧化铝)(中国铝业股份有限公司郑州研究院,比表面积为 260  $\text{m}^2/\text{g}$ )为原料,首先将 1000g  $\rho$  -氧化铝与 10 克硝酸锰、5 克硝酸钴、15 克硝酸钒、60 克水的混合溶液,混合搅拌,在 110℃的烘箱中烘干,再加入 6 克氯化铵、3 克碱式碳酸镁,倒入加有约 500 克球的球磨罐中混料 30 分钟。取出装入坩埚,放入高温炉在 1350℃煅烧 2.5 小时。烧成粉体在振动磨中粉磨,得到黑色的  $\alpha$  -氧化铝粉体。产品颜色为深黑色,转化率为 96.8%,原晶大小为 0.5~0.7 微米。

#### [0025] 实施例 3

以工业氧化铝(即  $\gamma$  -氧化铝)(中国铝业股份有限公司郑州研究院,比表面积为 110  $\text{m}^2/\text{g}$ )为原料,首先将 1000g  $\gamma$  -氧化铝与 10 克氯化锰、10 克氯化钴、15 克氯化钒、70 克水的混合溶液,混合搅拌,在 110℃的烘箱中烘干,再加入 7 克氯化铵、3 克碱式碳酸镁,倒入加有约 500 克球的球磨罐中混料 30 分钟。取出装入坩埚,放入高温炉在 1300℃煅烧 2.5 小时。烧成粉体在搅拌磨中粉磨,得到黑色的  $\alpha$  -氧化铝粉体。产品颜色为深黑色,转化率为 95.2%,原晶大小为 0.7~0.9 微米。

#### [0026] 实施例 4

以工业氧化铝(即  $\gamma$  -氧化铝)(中国铝业股份有限公司郑州研究院,比表面积为 110  $\text{m}^2/\text{g}$ )为原料,首先将 1000g  $\gamma$  -氧化铝与 5 克氯化锰、5 克氯化钒、20 克水的混合溶液,混合搅拌,在 105℃的烘箱中烘干,再加入 10 克氯化铵、3 克碱式碳酸镁,倒入加有约 500 克球的球磨罐中混料 30 分钟。取出装入坩埚,放入高温炉在 1250℃煅烧 3 小时。烧成粉体在搅拌磨中粉磨,得到黑色的  $\alpha$  -氧化铝粉体。产品颜色为淡黑色,转化率为 93.2%,原晶大小为 0.4~0.6 微米。

#### [0027] 实施例 5

以水硬性氧化铝(即  $\rho$  -氧化铝)(中国铝业股份有限公司郑州研究院,比表面积为 260  $\text{m}^2/\text{g}$ )为原料,首先将 1000g  $\rho$  -氧化铝与 10 克硝酸锰、10 克硝酸钴、5 克硝酸钒、50 克水的混合溶液,混合搅拌,在 110℃的烘箱中烘干,再加入 3 克氯化铵、5 克碱式碳酸镁,倒入加有约 500 克球的球磨罐中混料 30 分钟。取出装入坩埚,放入高温炉在 1280℃煅烧 2.5 小时。烧成粉体在振动磨中粉磨,得到黑色的  $\alpha$  -氧化铝粉体。产品颜色为深黑色,转化率为 95.3%,原晶大小为 0.3~0.5 微米。

#### [0028] 实施例 6

以水硬性氧化铝(即  $\rho$  -氧化铝)(中国铝业股份有限公司郑州研究院,比表面积为 260  $\text{m}^2/\text{g}$ )为原料,首先将 1000g  $\rho$  -氧化铝与 20 克硝酸锰、15 克硝酸钒、70 克水的混合溶液,混合搅拌,在 110℃的烘箱中烘干,再加入 2 克氯化铵、3 克碱式碳酸镁,倒入加有约 500 克球的球磨罐中混料 30 分钟。取出装入坩埚,放入高温炉在 1350℃煅烧 6 小时。烧成粉体在振动磨中粉磨,得到黑色的  $\alpha$  -氧化铝粉体。产品颜色为深黑色,转化率为 96.8%,原晶大小为 0.8~1.0 微米。

#### 实施例 7

以实例 6 制备的煅烧氧化铝粉制备陶瓷,组成如下:煅烧氧化铝粉 91 份,碳酸钙 2.6 份,石英粉 1.4 份,高岭土 5 份,混合球磨 12 小时,出磨成型,在高温炉中 1470℃保温 2 小时(烧成氧化铝含量 93% 左右)。颜色:均匀黑色;比重为 3.67g/cm<sup>3</sup>,不吸水。产品合格。