



(21) 申请号 201210386972. X

(22) 申请日 2012. 09. 22

(73) 专利权人 包头市京瑞新材料有限公司

地址 014015 内蒙古自治区包头市昆区哈业
脑包稀土工业区

(72) 发明人 郝先库 张瑞祥 赵永志 刘海旺
王士智 汪立新 胡珊珊 马显东
许宗泽

(74) 专利代理机构 包头市专利事务所 15101
代理人 庄英菊

(51) Int. Cl.
C01F 17/00 (2006. 01)

审查员 高莉

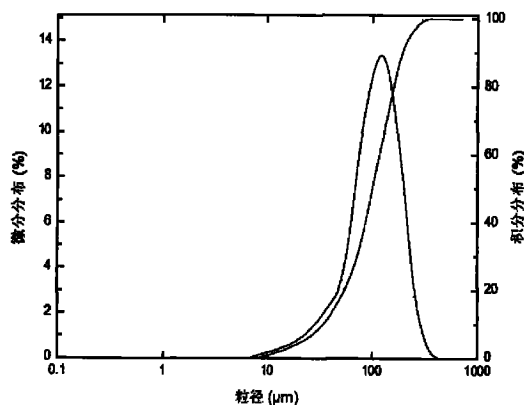
权利要求书1页 说明书2页 附图2页

(54) 发明名称

制备大颗粒氧化镨的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种制备大颗粒氧化镨的方法，属于一种材料制备工艺。本发明用碳酸氢铵、氨水和去离子水配制碳酸氢铵溶液，向溶液中加入硝酸镨溶液，得到碳酸氢铵、氨水和硝酸镨的混合溶液，向混合溶液中加入双氧水，反应6小时开始产生碳酸镨沉淀，陈化24-48小时，将沉淀过滤、洗涤，灼烧温度为900-1200℃，保温4小时，得到中心粒径 D_{50} 为50-165 μm 、颗粒均匀、流动性好、形貌由薄片组成花状大颗粒氧化镨产品。



1. 制备大颗粒氧化镓的方法,其特征在于,向反应器中分别加入碳酸氢铵、浓度为28%的氨水和去离子水,碳酸氢铵、氨水和去离子水的摩尔比为1 : 1 : 6.27,加入浓度为1.47mol/L的硝酸镓溶液,碳酸氢铵与硝酸镓摩尔比为1 : 0.096,得到碳酸氢铵、氨水和硝酸镓的混合溶液;向混合溶液中加入浓度为30%的双氧水,硝酸镓与双氧水摩尔比为1 : 5.2,反应6小时开始产生沉淀,陈化24-48小时,得到碳酸镓沉淀,将沉淀过滤、洗涤,灼烧温度为900-1200°C,保温4小时,得到中心粒径 D_{50} 为50-165 μm ,颗粒分布均匀、流动性好、形貌由薄片组成花状大颗粒氧化镓。

制备大颗粒氧化镧的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种制备大颗粒氧化镧的方法,属于一种材料制备工艺。

背景技术

[0002] 氧化镧用于制造磁性材料、光学玻璃、陶瓷的着色剂、激光材料、发光材料、电子材料。氧化镧基透明陶瓷材料将在未来的数字射线成像技术系统中起重要作用,特别适合于静态数字成像和荧光检查方面的应用,也是一种新型的多晶激光工作介质。随着科学技术的发展,大颗粒氧化镧需求越来越多,由于大颗粒氧化镧作为热喷涂粉末在热喷涂时形成过熔的精细颗粒的量会减少,小颗粒在热喷涂时形成的精细颗粒粘附并沉积在热喷涂装置的喷嘴内壁而形成的沉积物从内壁脱落,并且混入到热喷涂涂层中,使热喷涂涂层的抗积聚性下降,直接制备符合热喷涂要求的氧化镧粉末颗粒,可提高涂层密度、抗积聚性和耐磨性。而利用稀土工业传统方法草酸镧沉淀或碳酸镧沉淀制备的氧化镧粒度一般在 1-15 μm 范围内,这种氧化镧经过造粒后作为热喷涂粉末,其涂层不如大颗粒氧化镧直接喷涂涂层的性能。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种颗粒均匀、流动性好、中心粒径 D_{50} 为 50-165 μm 、形貌由薄片组成花状大颗粒氧化镧的制备方法。

[0004] 技术解决方案:本发明向反应器中分别加入碳酸氢铵、浓度为 28% 的氨水和去离子水,碳酸氢铵、氨水和去离子水的摩尔比为 1 : 1 : 6.27,加入浓度为 1.47mol/L 的硝酸镧溶液,碳酸氢铵与硝酸镧摩尔比为 1 : 0.096,得到碳酸氢铵、氨水和硝酸镧的混合溶液;向混合溶液中加入浓度为 30% 的双氧水,硝酸镧与双氧水摩尔比为 1 : 5.2,反应 6 小时开始产生沉淀,陈化 24-48 小时,得到碳酸镧沉淀,将沉淀过滤、洗涤,灼烧温度为 900-1200 $^{\circ}\text{C}$,保温 4 小时,得到中心粒径 D_{50} 为 50-165 μm ,颗粒分布均匀、流动性好、形貌由薄片组成花状大颗粒氧化镧。

[0005] 发明效果

[0006] 本发明中碳酸镧沉淀陈化时间和灼烧温度是关键,陈化时间是决定碳酸镧粒度的关键因素,陈化时间小于 4 小时,碳酸镧沉淀颗粒很细,难过滤,静止陈化 24 小时以上,得到大颗粒碳酸镧;碳酸镧灼烧温度选用工业化生产草酸镧分解为氧化镧的温度范围,便于工业化生产设备通用,灼烧温度为 900-1200 $^{\circ}\text{C}$,根据市场需求,可工业化生产颗粒均匀、流动性好、中心粒径 D_{50} 为 50-165 μm 、形貌由薄片组成花状大颗粒氧化镧。

附图说明

[0007] 图 1 为本发明大颗粒氧化镧的 XRD 图;

[0008] 图 2 为本发明大颗粒氧化镧的粒度分布图;

[0009] 图 3 为本发明大颗粒氧化镧的 SEM 图。

具体实施方式

[0010] 实施例 1

[0011] 在反应器中加入 350g 碳酸氢铵、300ml 浓度为 28% 的氨水和去离子水 520ml, 再加入 290ml 浓度为 1.47mol/L 的硝酸镧溶液, 得到碳酸氢铵、氨水和硝酸镧的混合溶液; 向混合溶液中加入 230ml 浓度为 30% 的双氧水, 反应 6 小时开始产生沉淀, 陈化 32 小时, 得到碳酸镧沉淀, 将沉淀过滤、洗涤, 灼烧温度为 900℃, 保温 4 小时, 得到中心粒径 D_{50} 为 51.01 μm 的大颗粒氧化镧。

[0012] 实施例 2

[0013] 在反应器中加入 350g 碳酸氢铵、300ml 浓度为 28% 的氨水和去离子水 520ml, 再加入 290ml 浓度为 1.47mol/L 的硝酸镧溶液, 得到碳酸氢铵、氨水和硝酸镧的混合溶液; 向混合溶液中加入 230ml 浓度为 30% 的双氧水, 反应 6 小时开始产生沉淀, 陈化 40 小时, 得到碳酸镧沉淀, 将沉淀过滤、洗涤, 灼烧温度为 1100℃, 保温 4 小时, 得到中心粒径 D_{50} 为 129.1 μm 的大颗粒氧化镧。

[0014] 实施例 3

[0015] 在反应器中加入 350g 碳酸氢铵、300ml 浓度为 28% 的氨水和去离子水 520ml, 再加入 290ml 浓度为 1.47mol/L 的硝酸镧溶液, 得到碳酸氢铵、氨水和硝酸镧的混合溶液; 向混合溶液中加入 230ml 浓度为 30% 的双氧水, 反应 6 小时开始产生沉淀, 陈化 48 小时, 得到碳酸镧沉淀, 将沉淀过滤、洗涤, 灼烧温度为 1200℃, 保温 4 小时, 得到中心粒径 D_{50} 为 165.8 μm 的大颗粒氧化镧。

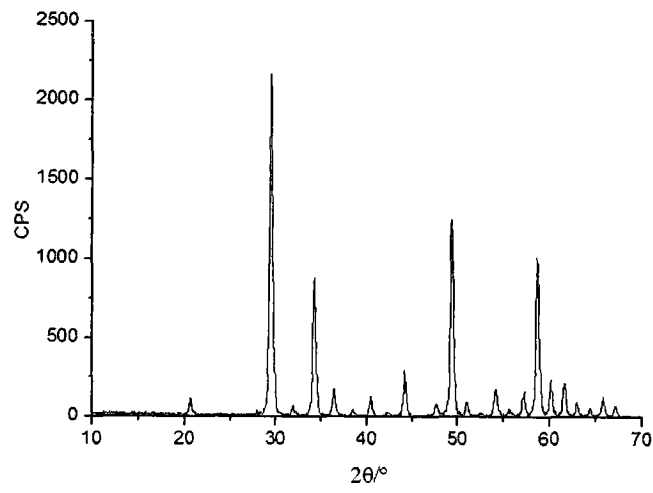


图 1

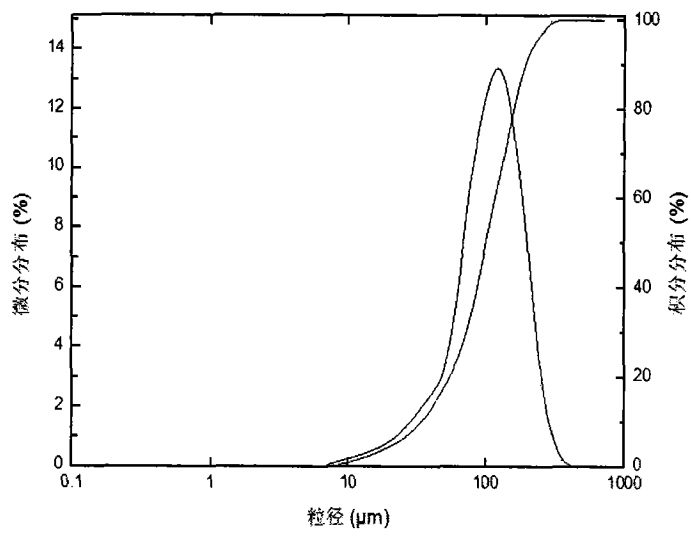


图 2

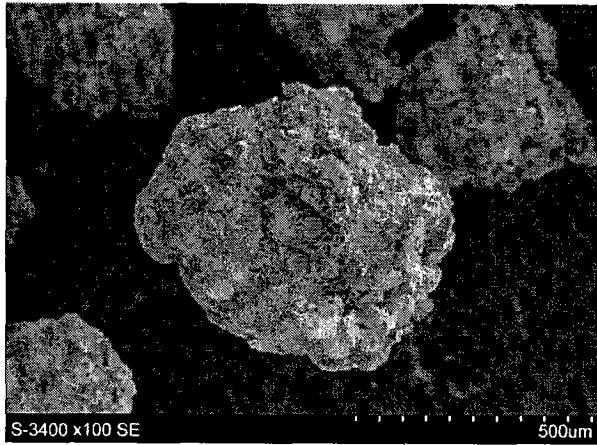


图 3