

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.  
C01B 33/113 (2006.01)



# [12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200710034426.9

[45] 授权公告日 2008年8月27日

[11] 授权公告号 CN 100413782C

[22] 申请日 2007.2.13

[21] 申请号 200710034426.9

[73] 专利权人 袁茂豪

地址 337022 江西省萍乡市湘东区下埠镇  
栗塘村南塘组14号

[72] 发明人 袁茂豪 袁超 袁君 罗招梅  
袁茂清

[56] 参考文献

CN1830775A 2006.9.13

CN1378527A 2001.10.24

CN1830774A 2006.9.13

粉石英的深加工及其利用研究. 邓慧宇  
等. 化工矿物与加工, 第11期. 2004

高纯超细电子级球形石英粉研究. 张军  
等. 电子元件与材料, 第23卷第1期. 2004

审查员 陈龙

[74] 专利代理机构 萍乡益源专利事务所  
代理人 周益丽

权利要求书1页 说明书4页

[54] 发明名称

一种高纯超细球形硅微粉的制备方法

[57] 摘要

本发明公开了一种高纯超细球形硅微粉的制备方法,天然粉石英矿粉粗选,将粗选后的优质天然粉石英矿粉通过洗涤后,加入陈化剂,使其粉石英矿粉在碱性条件下进行陈化,陈化后过滤,将滤物脱水烘干后,分散制成粉状或加入粘结剂制成块状,再将粉状或块状石英矿粉在1280-1680℃高温炉中保温1-10小时进行烧制,冷却后再进行分散磨粉球化、磁选和风选分级,得到高纯超细球形硅微粉,它不仅球化率高、白度好、含硅量高、含铁、铝少,pH值呈中性偏酸性、流动分散性好,膨胀和导热系数小、导电率低、耐腐蚀;而且投资少、生产成本低、产量大,是一种用途广泛的无机材料,可大量应用于高档涂料、高级填料、绝缘材料、精密铸造、电子封装和航空航天等行业。

1、一种高纯超细球形硅微粉的制备方法，其特征在于：天然粉石英矿粉通过粗选，得到优质天然粉石英矿粉，将优质天然粉石英矿粉通过洗涤后，加入陈化剂，使优质天然粉石英矿粉在碱性条件下进行陈化，陈化后脱水烘干分散，制成粉状或加入粘结剂制成块状或蜂窝状，再将粉状、块状或蜂窝状的优质天然粉石英矿粉在 1280-1680℃高温炉中保温 1-10 小时进行烧制，冷却后再进行分散磨粉球化、磁选、风选分级，得到高纯超细球形硅微粉。

2、根据权利要求 1 所述的一种高纯超细球形硅微粉的制备方法，其特征在于：所述高纯超细球形硅微粉，经 X 射线衍射，扫描电子显微镜放大 200 倍，其球形硅微粉在 X 射线衍射图谱中主要为方石英峰，少量的磷石英峰，75%-95%为球形粉，PH 值为 5-7，白度为 85-95，粒度小于 10um 的球形硅微粉含量为 50%以上，SiO<sub>2</sub> 含量 99%-99.95%，Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量在 0.06%以下，Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量在 0.03%以下。

3、根据权利要求 1 所述的一种高纯超细球形硅微粉的制备方法，其特征在于：所述洗涤为水洗。

4、根据权利要求 1 所述的一种高纯超细球形硅微粉的制备方法，其特征在于：所述洗涤为酸洗后再碱洗。

5、根据权利要求 1 所述的一种高纯超细球形硅微粉的制备方法，其特征在于：所述陈化剂为硅酸钠。

# 一种高纯超细球形硅微粉的制备方法

## 技术领域

本发明涉及一种石英粉的制备方法，尤其是涉及一种高纯超细球形硅微粉的制备方法。

## 背景技术

随着科学技术的不断发展，应用于高档涂料、高级填料、绝缘材料、电子封装材料和航空航天等高新技术产业的硅微粉不仅要求其具有好的流动性、分散性、导热系数小、导电率低和耐腐蚀性能，而且要求其硅微粉球化率、白度和纯度高的质量标准，同时上述产业使用的球形硅微粉的需求量大，全球市场需求量至少有三百亿人民币的市场。目前，国内外制备高纯超细球形硅微粉的方法大概有化学气相法、化学沉淀法、高频等离子法、高温熔融法和溶胶-凝胶法等化学制备方法以及机械物理制备法，但现有上述化学制备方法都存在有投资大，产量低，成本高，投入产出率小的问题，现有机械物理制备方法又存在球化率不高，白度低等问题。因此，现有上述球形硅微粉制备方法还不能同时满足球形硅微粉产量大和质量高的要求。

## 发明内容

针对上述现有技术中，球形硅微粉制备方法中存在的问题，本发明提出了一种不仅产量高，投资小，生产成本低，且硅微粉球化率高、白度好，纯度高的高纯超细球形硅微粉的制备方法。

本发明所述高纯超细球形硅微粉的制备方法是：天然粉石英矿粉通过粗选，得到优质天然粉石英矿粉，将优质天然粉石英矿粉通过洗涤后，加入陈化剂，使优质天然粉石英矿粉在碱性条件下进行陈化，陈化后脱水烘干分散，制成粉状或加入粘结剂制成块状或蜂窝状，再将粉状、块状或蜂窝状的优质天然粉石英矿粉在 1280-1680℃ 高温炉中保温 1-10 小时进行烧制，冷却后再进行分散磨粉球化、磁选和风选分级，得到高纯超细球形硅微粉。

所述陈化剂为硅酸钠，加入量为粉石英矿粉重量的 2-10%，也可以是其它陈化剂，如碳酸钠；所述优质天然粉石英矿粉脱水烘干后其水份不大于 1%。

目前，我国石英矿主要有天然块状石英矿和天然粉状石英矿，天然块状石英通过锻烧粉碎得到方石英，方石英硅晶体大都呈六棱形，四方晶相，而天然粉状石英中除含有六棱形硅晶体外，还含有较多球形硅晶体。天然粉石英矿粉在全国有很大的贮藏量，如在江西省萍乡市内，就有全国最大的天然粉石英矿，该天然粉石英矿粉通过扫描电子显微镜放大 200 倍显示，其天然粉石英粉通过水洗脱水烘干后，形体结构与块状石英矿相比，除含有少部份六棱形粉，少量凸凹形粉外，还含有 50%左右的球形粉，通过矿源粗选，去除六棱形粉，得到优质天然粉石英矿粉。

本发明用粗选后的优质天然粉石英矿粉为原料，通过洗涤、陈化和高温锻烧制备成球形硅微粉，其硅微粉不仅球化率高、白度好、含硅量高、含铁、铝等其它元素少，PH 值呈中性偏酸性、流动性、分散性好，

膨胀系数小、导热系数小、导电率低、耐腐蚀、超纯、超细；而且投资少、生产成本低、产量大，投入产出可达 1/5~1/8，是一种用途广泛的无机材料，可大量应用于高档涂料、高级填料、绝缘材料、精密铸造、电子封装材料和航空航天等高新技术行业。

本发明所述高纯超细球形硅微粉的各项技术指标是：

硅晶体主要为方石英峰，少量磷石英峰、球化率为 75-95%，白度 85-95，粒度小于 10um 的球形硅微粉含量为 50%以上、PH 值 5-7，SiO<sub>2</sub> 含量在 99-99.95%，Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量在 0.06%以下，Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量在 0.03%以下。

#### 具体实施方式

实施例 1：用天然粉石英矿粉通过粗选，去除硬度大的六棱形粉，得到球化比高和纯度高的优质天然粉石英矿粉。将粗选后的优质天然粉石英矿粉通过加水洗涤后，使其内杂质及泥浆悬浮于表面，过筛后清除，再用纯净水洗涤，而后加入优质天然粉石英矿粉重量 3%的硅酸钠进行搅拌，调节其陈化的优质天然粉石英矿粉的 PH 值在 9±0.5 以内，使其进行陈化，陈化时间为 10 小时，陈化后脱水烘干分散处理，制成粉状石英矿粉，或加入适量（使粉石英矿粉在搅拌后呈稠性状态时的含量）的硅酸钠粘结剂搅拌分散，（硅酸钠通过高温形成纳米级的硅微粉，其中氧化钠在 1275℃时升华），水份控制在 0.8%，做成砖或蜂窝状等块状石英矿粉，便于装窑，然后通过间歇窑炉在 1480℃下保温 8 小时锻烧，其中，粉状石英矿粉也可直接用吹制和喷烧，冷却后，经过分散、磨粉球化，磁选取分级出球形硅微粉，此种制备方法比较适合用于高档涂料、高级

填料和绝缘材料等行业。经 X 射线衍射图谱及电子扫描显微镜放大 200 倍，其白度、粒度、PH 值及化学成份主要为方石英峰，少量磷石英峰、球化率 79%，白度为 92，粒度小于 10um 的球形硅微粉含量为 61%、PH 值 6.5，SiO<sub>2</sub> 含量为 99.82%，Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量为 0.051%，Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量为 0.027%。

实施例 2：用天然粉石英矿粉通过粗选去除硬度大的六棱形粉，得到球化比高和纯度高的优质天然粉石英矿粉。将粗选后的优质天然粉石英矿粉通过酸洗后再碱洗中和，除杂，过筛，漂白，再用纯净水洗涤过滤去除杂质，再加入优质天然粉石英矿粉重量 8% 的硅酸钠进行搅拌，调节陈化的优质天然粉石英矿粉的 PH 值在 10±0.5 以内，使其陈化 10 小时，其 SiO<sub>2</sub> 含量为 99.6%，脱水烘干分散，水份控制在 0.65%，制成粉状石英矿粉，或加入适量（使石英矿粉在搅拌后呈稠性状态时的含量）的硅酸钠粘结剂搅拌，（硅酸钠通过高温形成纳米级的硅微粉，使氧化钠在 1275℃ 时升华），控制水份在 1% 以下，做成砖或蜂窝状等块状石英矿粉，便于装窑，其中，粉状石英矿粉也可直接用吹制和喷烧，然后通过连续窑炉在 1550℃ 煅烧保温 3 个小时进行煅烧；冷却后通过砂磨机分散打磨分散球化处理，再通过磁选除杂，风选分级制备球形硅微粉，此种方法比较适合电子封装和航空航天材料产业。经过 X-射线衍射图谱及扫描电子显微镜 200 倍的放大，其白度，粒度，PH 值及化学成份分析，主要为方石英峰，少量磷石英峰，白度为 95；粒度小于 10um 的球形硅微粉含量为 65%，球化率为 92%，PH 值为 5.8，SiO<sub>2</sub> 含量为 99.9%，Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量为 0.046%，Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量为 0.023%。