



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103274409 A

(43) 申请公布日 2013.09.04

(21) 申请号 201310212818.5

(22) 申请日 2013.06.01

(71) 申请人 桂林理工大学

地址 541004 广西壮族自治区桂林市建干路  
12号

(72) 发明人 吴一

(51) Int. Cl.

C01B 31/30 (2006.01)

权利要求书1页 说明书2页

(54) 发明名称

以  $TiOSO_4$  和酚醛树脂分别为钛源和碳源制备超细 TiC 粉体的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种以  $TiOSO_4$  和酚醛树脂分别为钛源和碳源制备超细 TiC 粉体的方法。将 1 质量份的  $TiOSO_4$  溶于水制得饱和溶液, 将 5~9 质量份的酚醛树脂溶于无水乙醇制得饱和溶液; 将两种饱和溶液均匀混合在一起, 所得混合液在 100~150℃ 下干燥 24~48 小时, 制得前驱体; 将前驱体在氢气气氛保护下加热至 1500~2000℃, 保温 1~2 小时进行碳热还原, 即制得超细 TiC 粉体; 所述化学试剂及原料的纯度均为分析纯以上纯度; 所制得的超细 TiC 粉体的组成由加入原料的配比控制, 粉体的纯度和粒度由加料顺序和制备工艺共同决定。本发明方法具有原料混合均匀、工艺简单、合成温度低、合成时间短以及节能环保等优点。

1. 一种以  $\text{TiOSO}_4$  和酚醛树脂分别为钛源和碳源制备超细 TiC 粉体的方法, 其特征在于具体步骤为:

(1) 将 1 质量份的  $\text{TiOSO}_4$  溶于水制得饱和溶液, 将 5~9 质量份的酚醛树脂溶于无水乙醇制得饱和溶液;

(2) 将步骤 (1) 制得的两种饱和溶液均匀混合在一起, 所得混合液在  $100\sim 150^\circ\text{C}$  下干燥 24~48 小时, 制得前驱体;

(3) 将步骤 (2) 制得的前驱体在氢气气氛保护下加热至  $1500\sim 2000^\circ\text{C}$ , 保温 1~2 小时进行碳热还原, 即制得超细 TiC 粉体;

所述化学试剂及原料的纯度均为分析纯以上纯度。

2. 根据权利要求 1 所述的制备超细 TiC 粉体的方法, 其特征在于: 所制得的超细 TiC 粉体的组成由加入原料的配比控制, 粉体的纯度和粒度由加料顺序和制备工艺共同决定。

## 以 $\text{TiOSO}_4$ 和酚醛树脂分别为钛源和碳源制备超细 TiC 粉体的方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于超细 TiC 粉体制备技术领域,特别涉及一种以  $\text{TiOSO}_4$  和酚醛树脂分别为钛源和碳源制备超细 TiC 粉体的方法。

### 背景技术

[0002] TiC 具有高熔点、高硬度、高耐磨性及特殊的功能性等特点,不仅被广泛用于磨具、切削工具及复合材料的增强体等,还作为能源材料得到广泛应用,如作为核能材料利用, TiC 的涂层材料能抗  $\text{H}^+$  离子辐照和抗很大的温度梯度和热循环,这些涂层材料的抗氙渗透层长时间使用性能稳定,在红外辐射陶瓷材料方面,堇青石结构中添加 TiC,不仅被作为导电相而引入,而且其本身又是优良的近红外辐射特性材料,以及在新型复合电接触材料中有着广泛的应用前景。

[0003] 现代能源工业发展急需超细 TiC 粉,传统用  $\text{TiO}_2$  与碳固相混合后高温还原合成 TiC 粉体,成本低廉但制备的粉体较粗;目前超细 TiC 粉主要以纯钛、钛有机物或气态钛化物为原料,以气相沉积、等离子体加热等工艺制备,原料和工艺成本高,使超细 TiC 粉价格昂贵,研究和应用低成本制备超细 TiC 新技术很有意义。

[0004] 目前工业化大规模生产的 TiC 粉大多为  $2\sim 5\mu\text{m}$ ,随着现代化工业的发展,尤其能源工业的发展,对超细粉 TiC 的需求量越来越大,超细 TiC 具有更高的应用价值,前景广阔,但目前市场供应的超细 TiC 粉因为原料成本及制备工艺成本极高而价格昂贵,因此进行低成本制备超细粉 TiC 的研究具有很大的现实意义。

[0005] 超细 TiC 粉体的制备是材料科学家研究的热点,研究的方面既有原料方面的,也有工艺方面的,但不同的方法对于工业化生产都有其优缺点。

[0006] 直接碳化法是以单质碳、金属钛粉(或  $\text{TiH}_2$ )为原料,在高温下、惰性气氛或真空中,反应物直接接触反应生成 TiC,产物纯度高、碳计量比大,工艺过程简单,但钛粉的价格昂贵,超细钛粉的制备比较困难;反应过程难控制,合成出的 TiC 需进一步粉磨破碎,导致产物的纯度降低,还要进一步提纯,使该法制备超细 TiC 粉末得到大规模推广。

[0007] 碳热还原法是 TiC 粉工业化生产的传统方法,该工艺以  $\text{TiO}_2$  为钛源,以石墨、碳黑、活性碳等为 C 源,在高温、保护气氛下,  $\text{TiO}_2$  被 C 还原生成 TiC 粉,优势为:原料成本低;工艺简单,生产效率较高;TiC 的粒度为微米级,但原料通过机械混合均匀性较差;利用燃烧法处理剩余碳黑, TiC 也易被氧化;就目前的生产技术来看,合成出的粉体在粒度和纯度上不能完全满足精细陶瓷的要求。

[0008] 还有其他一些方法来制备超细 TiC,但总的来讲存在原料要求高如高纯金属钛粉、钛的有机化合物等;合成工艺复杂,如需等离子加热、微波加热、气相沉积等,设备条件要求高等问题,制备方法或工艺复杂或产量受限,导致成本高,开发高效率、低成本的 TiC 超细粉制备技术,仍然是当今各国科学家和企业界研究的重点。

## 发明内容

[0009] 本发明的目的是克服现有技术的不足,提供一种以  $\text{TiOSO}_4$  和酚醛树脂分别为钛源和碳源制备超细 TiC 粉体的方法。

[0010] 具体步骤为:

(1) 将 1 质量份的  $\text{TiOSO}_4$  溶于水制得饱和溶液,将 5~9 质量份的酚醛树脂溶于无水乙醇制得饱和溶液。

[0011] (2) 将步骤 (1) 制得的两种饱和溶液均匀混合在一起,所得混合液在  $100\sim 150^\circ\text{C}$  下干燥 24~48 小时,制得前驱体。

[0012] (3) 将步骤 (2) 制得的前驱体在氢气气氛保护下加热至  $1500\sim 2000^\circ\text{C}$ ,保温 1~2 小时进行碳热还原,即制得超细 TiC 粉体。

[0013] 所述化学试剂及原料的纯度均为分析纯以上纯度。

[0014] 本发明所制得的超细 TiC 粉体的组成由加入原料的配比控制,粉体的纯度和粒度由加料顺序和制备工艺共同决定。

[0015] 本发明方法的优点:

(1) 以酚醛树脂为碳源,以  $\text{TiOSO}_4$  为钛源,经碳热还原,低成本制备高纯、超细 TiC。

[0016] (2) 与传统制备 TiC 的方法相比,具有原料混合均匀、工艺简单、合成温度低、合成时间短以及节能环保等特点。

## 具体实施方式

[0017] 实施例:

(1) 将 1 克  $\text{TiOSO}_4$  溶于水制得饱和溶液,将 7 克酚醛树脂溶于无水乙醇制得饱和溶液。

[0018] (2) 将步骤 (1) 制得的两种饱和溶液均匀混合在一起,所得混合液在  $135^\circ\text{C}$  下干燥 36 小时,制得前驱体。

[0019] (3) 将步骤 (2) 制得的前驱体在氢气气氛保护下加热至  $1800^\circ\text{C}$ ,保温 2 小时进行碳热还原,即制得超细 TiC 粉体。

[0020] 所述化学试剂及原料的纯度均为分析纯。