



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104649681 A

(43) 申请公布日 2015. 05. 27

(21) 申请号 201510101679. 8

(22) 申请日 2015. 03. 09

(71) 申请人 新疆中科传感有限责任公司

地址 830011 新疆维吾尔自治区乌鲁木齐市
北京南路 40 号附 1 号

(72) 发明人 王军华 姚金城 常爱民

(74) 专利代理机构 乌鲁木齐中科新兴专利事务
所 65106

代理人 张莉

(51) Int. Cl.

C04B 35/622(2006. 01)

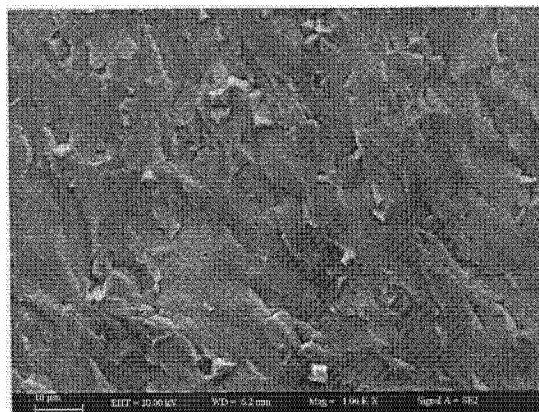
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

两步固相化学反应制备负温度系数热敏陶瓷材料的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种两步固相化学反应制备负温度系数热敏陶瓷材料的方法,该方法以四水乙酸锰、六水硝酸镍、六水硝酸镁、九水硝酸铝和柠檬酸铵为原料,采用室温固相化学反应和高温煅烧相结合制备出粒径均匀,分散性较好的复合氧化物粉体材料。粉体经预压成型、等静压、烧结制备出负温度系数热敏电阻陶瓷材料,经常规方法切片、涂电极、划片、焊接、封装,制成 NTC 热敏电阻产品。其阻值和 B 值一致性较高、互换性、稳定性和重复性好,可广泛应用于电磁炉,电压力锅,电饭煲,电烤箱,消毒柜,饮水机,微波炉,电取暖炉等家用电器的温度控制及温度检测。



1. 一种两步固相化学反应制备负温度系数热敏陶瓷材料的方法, 其特征在于采用两步固相化学反应, 具体操作按下列步骤进行:

a、按摩尔比锰: 镍: 镁: 铝 = 2-3.1 : 1.4-2.5 : 1.4-2 : 0.1 称取原料四水乙酸锰、六水硝酸镍、六水硝酸镁和九水硝酸铝, 在行星式球磨机内混合研磨 2 小时;

b、按摩尔比 5:0.2 将柠檬酸铵和表面活性剂聚乙二醇-800 加入步骤 a 得到的混合物中, 继续研磨 4-8 小时, 使其发生固相化学反应变为色泽均匀的绿色粘稠物;

c、将步骤 b 中得到的粘稠物置于温度 100℃ 烘箱中脱水后, 粉碎, 紧接着置于温度 400-500℃ 钟罩炉内分解 3-6 小时, 分解完成后, 将粉体材料置于温度 700-850℃ 钟罩炉内预烧 2-4 小时;

d、然后进行预压成型, 等静压, 在温度 1100-1220℃ 烧结 2-5 小时, 即可得到负温度系数热敏电阻陶瓷材料。

两步固相化学反应制备负温度系数热敏陶瓷材料的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种两步固相化学反应制备负温度系数热敏陶瓷材料的方法,属于半导体功能材料产品领域。

背景技术

[0002] 负温度系数热敏电阻 (NTC) 是一种阻值随温度升高而下降的电子陶瓷元件,广泛应用于空调设备,暖气设备,医疗仪器,温控仪表,电子礼品,电子温湿度计,汽车测温,电子万年历,充电电池组及充电器的温度测量与控制。随着技术的发展,市场对负温度系数热敏电阻元件的精度、可靠性和成品率提出了更高的要求。

[0003] 负温度系数热敏电阻元件的性能在很大程度上取决于陶瓷粉体材料的质量。目前广泛应用的粉体制备方法是传统高温固相法,但是该方法存在粉体材料粒径大、化学均匀性差的缺点。在高精度热敏电阻元件制备方面常采用化学共沉淀法,该方法是把沉淀剂加入混合后的金属盐溶液中,使溶液中含有的两种或两种以上的阳离子一起沉淀,生成沉淀混合物或固溶体前驱体,过滤、洗涤、热分解,得到复合氧化物。但是沉淀剂的加入可能会使局部浓度过高,产生团聚或组成不够均匀。此种方法制备的粉体材料粒度小、分布均匀。但由于各个元素沉淀的 pH 值不同,易造成分步沉淀且沉淀出的粉体元素比例与原始配方有差异,难以得到准确化学计量比的粉体。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于,提供一种两步固相化学反应制备负温度系数热敏陶瓷材料的方法,该方法是将四种金属阳离子与柠檬酸铵在室温条件下发生固相化学反应,替代了在溶液中发生的化学反应。这不仅减少了沉淀、过滤、洗涤的过程,缩短了反应周期,而且该方法能使阳离子保持设计的摩尔比,得到准确的化学计量比。通过加入柠檬酸铵和表面活性剂与金属离子发生反应,经过煅烧获得混合均匀、粒径一致、结晶性好的粉体,将得到的粉体进行成型、烧结、切片、涂电极、划片加工工艺,可得到电阻值和 B 值一致性好负温度系数热敏陶瓷材料。该方法工艺简单、重复性好、易于操作放大而又能有效地提高热敏材料质量,具有工业化规模生产前景。

[0005] 本发明所述的一种两步固相化学反应制备负温度系数热敏陶瓷材料的方法,具体操作按下列步骤进行:

a、按摩尔比锰:镍:镁:铝 = 2-3.1 : 1.4-2.5 : 1.4-2 : 0.1 称取原料四水乙酸锰、六水硝酸镍、六水硝酸镁和九水硝酸铝,在行星式球磨机内混合研磨 2 小时;

b、按摩尔比 5:0.2 将柠檬酸铵和表面活性剂聚乙二醇-800 加入步骤 a 得到的混合物中,继续研磨 4-8 小时,使其发生固相化学反应变为色泽均匀的绿色粘稠物;

c、将步骤 b 中得到的粘稠物置于温度 100℃ 烘箱中脱水后,粉碎,紧接着置于温度 400-500℃ 钟罩炉内分解 3-6 小时,分解完成后,将粉体材料置于温度 700-850℃ 钟罩炉内预烧 2-4 小时;

d、然后进行预压成型，等静压，在温度 1100-1220℃ 烧结 2-5 小时，即可得到负温度系数热敏电阻陶瓷材料。

[0006] 通过本发明所述方法获得的热敏电阻陶瓷材料经过切片、涂电极、划片、焊接、封装，制成的 NTC 热敏电阻元件 $B_{25/50} = 4060-4300 \times (1 \pm 0.5\%) K$ ；电阻值 $R_{25^\circ C}$ 在 20-40k Ω ，电阻值在 1% 内的成品率为 60%-80%，在 3% 以内的成品率达到 85%-95%。

[0007] 本发明所述的一种两步固相化学反应制备负温度系数热敏电阻材料的方法，操作简单、反应不需要溶剂、节能、产率高、便于放大生产等特点。通过本发明所述方法获得的陶瓷材料，经常规方法切片、涂电极、划片、焊接、封装，制成的 NTC 热敏电阻产品的电阻值和 B 值一致性较高、互换性能较好。可以应用到电磁炉，电压力锅，电饭煲，电烤箱，消毒柜，饮水机，微波炉，电取暖炉等家用电器的温度控制及温度检测。

附图说明

[0008] 图 1 为本发明的扫描电镜图；

图 2 为本发明热敏电阻陶瓷材料阻值与温度特性曲线图；

图 3 为本发明热敏电阻陶瓷材料阻值对数与温度倒数的线性关系图。

具体实施方式

[0009] 实施例 1

按摩尔比锰：镍：镁：铝 = 2:2.5:1.4:0.1 称取四水乙酸锰、六水硝酸镍、六水硝酸镁和九水硝酸铝进行配料，在行星式球磨机内混合研磨 2 小时；

按摩尔比 5:0.2 将柠檬酸铵与表面活性剂聚乙二醇-800 (PEG-800) 加入所得的混合物中继续研磨 8 小时，使其发生固相化学反应变为色泽均匀的绿色粘稠物；

将得到的粘稠物置于温度 100℃ 烘箱中脱水后，粉碎，紧接着置于温度 500℃ 钟罩炉内分解 3 小时，分解完成后，将粉体材料置于 850℃ 钟罩炉内预烧 2 小时；

然后进行预压成型，等静压，在温度 1100℃ 烧结 5 小时，即可得到负温度系数热敏电阻陶瓷材料；

将得到的负温度系数热敏电阻陶瓷材料，经常规方法切片、涂电极、划片、焊接引线和封装，制成的 NTC 热敏电阻元件 $B_{25/50} = 4060 \times (1 \pm 0.5\%) K$ ，电阻值 $R_{25^\circ C} = 20 k\Omega$ ，电阻值在 1% 内的成品率为 60%，在 3% 以内的成品率达到 85%，该产品可以应用到电磁炉，电压力锅，电饭煲，电烤箱，消毒柜，饮水机，微波炉，电取暖炉等家用电器领域的温度控制及温度检测。

[0010] 实施例 2

按摩尔比锰：镍：镁：铝 = 3.1:1.4:1.4:0.1 称取四水乙酸锰、六水硝酸镍、六水硝酸镁和九水硝酸铝进行配料，在行星式球磨机内混合研磨 2 小时；

按摩尔比 5:0.2 将柠檬酸铵与表面活性剂聚乙二醇-800 (PEG-800) 加入所得的混合物中，继续研磨 4 小时，使其发生固相化学反应变为色泽均匀的绿色粘稠物；

将得到的粘稠物置于温度 100℃ 烘箱中脱水后，粉碎，紧接着置于温度 400℃ 钟罩炉内分解 6 小时，分解完成后，将粉体材料置于 700℃ 钟罩炉内预烧 4 小时；

然后进行预压成型，等静压，在温度 1220℃ 烧结 2 小时，即可得到负温度系数热敏电阻陶瓷材料；

将得到的负温度系数热敏电阻陶瓷材料,经常规方法切片、涂电极、划片、焊接引线和封装,制成的 NTC 热敏电阻元件 $B_{25/50}=4160 \times (1 \pm 0.5\%) K$, 电阻值 $R_{25^\circ C}$ 约 $20.5 k\Omega$, 在 1% 内的成品率为 75%, 在 3% 以内的成品率达到 85%。该产品可以应用到电磁炉, 电压力锅, 电饭煲, 电烤箱, 消毒柜, 饮水机, 微波炉, 电取暖炉等家用电器领域的温度控制及温度检测。

[0011] 实施例 3

按摩尔比锰:镍:镁:铝=2.5:1.4:2:0.1 称取四水乙酸锰、六水硝酸镍、六水硝酸镁和九水硝酸铝进行配料,在行星式球磨机内混合研磨 2 小时;

按摩尔比 5:0.2 将柠檬酸铵与表面活性剂聚乙二醇-800 (PEG-800) 加入所得的混合物中,继续研磨 6 小时,使其发生固相化学反应变为色泽均匀的绿色粘稠物;

将得到的粘稠物置于温度 $100^\circ C$ 烘箱中脱水后,粉碎,紧接着置于温度 $450^\circ C$ 钟罩炉内分解 5 小时,分解完成后,将粉体材料置于 $750^\circ C$ 钟罩炉内预烧 3 小时;

然后进行预压成型,等静压,在温度 $1150^\circ C$ 烧结 4 小时,即可得到负温度系数热敏电阻陶瓷材料;

将得到的负温度系数热敏电阻陶瓷材料,经常规方法切片、涂电极、划片、焊接引线和封装,制成的 NTC 热敏电阻元件 $B_{25/50}=4200 \times (1 \pm 0.5\%) K$, 电阻值 $R_{25^\circ C}=32 k\Omega$; 电阻值在 1% 内的成品率为 80%, 在 3% 以内的成品率达到 95%。该产品可以应用到电磁炉, 电压力锅, 电饭煲, 电烤箱, 消毒柜, 饮水机, 微波炉, 电取暖炉等家用电器领域的温度控制及温度检测。

[0012] 实施例 4

按摩尔比锰:镍:镁:铝=2.8:1.5:1.6:0.1 称取四水乙酸锰、六水硝酸镍、六水硝酸镁、九水硝酸铝,进行配料,在行星式球磨机内混合研磨 2 小时;

按摩尔比 5:0.2 将柠檬酸铵与表面活性剂聚乙二醇-800 (PEG-800) 加入所得的混合物中,继续研磨 7 小时,使其发生固相化学反应变为色泽均匀的绿色粘稠物;

将得到的粘稠物置于温度 $100^\circ C$ 烘箱中脱水后,粉碎,紧接着置于温度 $450^\circ C$ 钟罩炉内分解 5 小时,分解完成后,将粉体材料置于 $750^\circ C$ 钟罩炉内预烧 3 小时;

然后进行预压成型,等静压,在温度 $1150^\circ C$ 烧结 4 小时,即可得到负温度系数热敏电阻陶瓷材料;

将得到的负温度系数热敏电阻陶瓷材料,经常规方法切片、涂电极、划片、焊接引线和封装,制成的 NTC 热敏电阻元件 $B_{25/50}=4300 \times (1 \pm 0.5\%) K$, 电阻值 $R_{25^\circ C}=40 k\Omega$, 电阻值在 1% 内的成品率为 75%, 在 3% 以内的成品率达到 92%。该产品可以应用到电磁炉, 电压力锅, 电饭煲, 电烤箱, 消毒柜, 饮水机, 微波炉, 电取暖炉等家用电器领域的温度控制及温度检测。

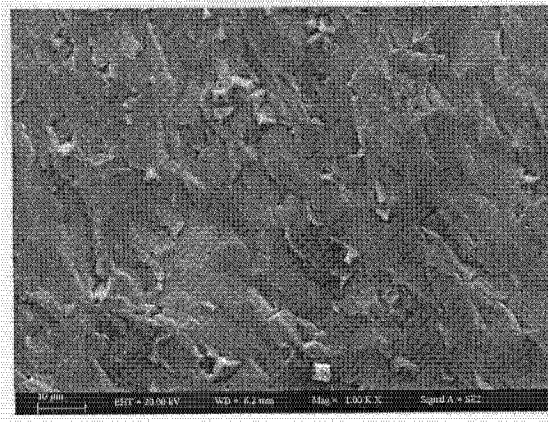


图 1

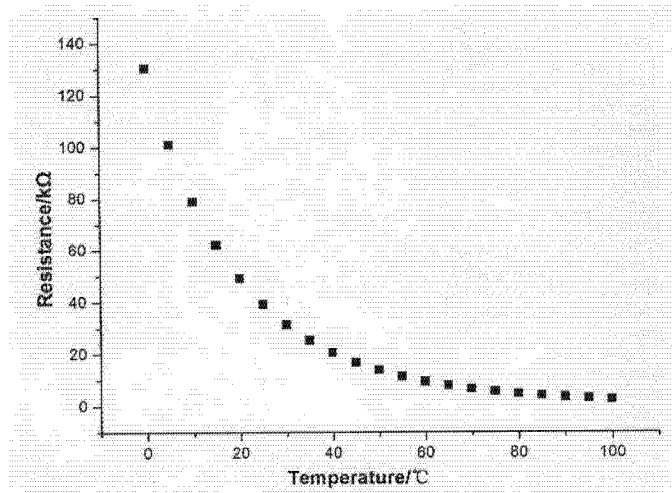


图 2

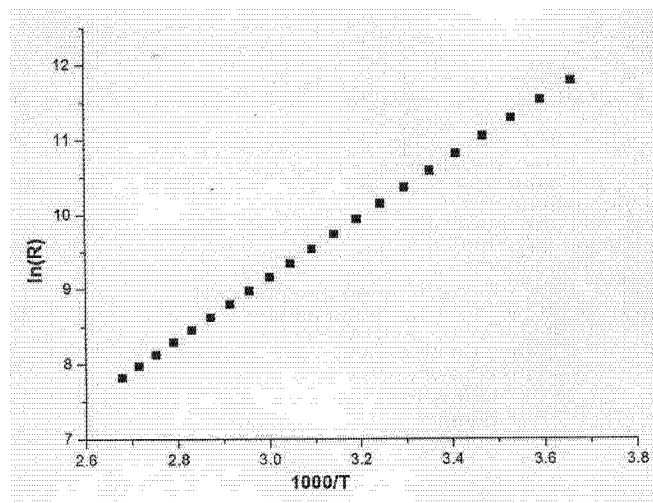


图 3