



高频等离子体法制备纳米三氧化二锑

黎 明, 高跃生, 张 瑜, 王 翔, 许发玲

(贵州正业工程技术投资有限公司, 贵州 贵阳 550005)

摘要: 以普通三氧化二锑为原料, 采用高频等离子体为热源, 经高温加热和骤冷工艺, 得到纳米三氧化二锑粉, 对制备的粉体进行化学成分、比表面积、粒径、物相和形貌等测试。结果表明, 采用高频等离子法制备的纳米三氧化二锑为立方晶系, 粉体颗粒为球形, 平均粒径为 30 nm, 比表面积为 90.9 m²/g。

关键词: 高频等离子体; 纳米粉体; 加料速率

中图分类号: TB383 **文献标志码:** A

文章编号: 1008-5548(2012)05-0016-03

Preparation of Sb₂O₃ Nano-particles by Radio Frequency Plasma Method

LI Ming, GAO Yuesheng, ZHANG Yu,
WANG Xiang, XU Faling

(Guizhou Zhengye Engineer and Investment Co. Ltd.,
Guiyang 550005, China)

Abstract: Using the industrial Sb₂O₃ powders as raw materials and radio frequency plasma as heat source, Sb₂O₃ nano-particles were prepared by high temperature heating and quenching process. The chemical analysis, specific surface area, particle size distribution, phase and morphology of Sb₂O₃ nano-particles were investigated. The results show that Sb₂O₃ nano-particles prepared by radio frequency plasma method are cubic system, whose average particle size is 30 nm, specific surface area is 90.9 m²/g.

Key words: radio frequency plasma; nano-particles; feed rate

纳米三氧化二锑是指颗粒尺寸为 1~100 nm 的三氧化二锑微小固体粉末。由于纳米三氧化二锑的比表面积大, 表面原子能高, 具有表面效应和体积效应, 因此在工业上有着广泛的用途^[1], 可用作阻燃剂、催化剂、澄清剂、填充剂等, 适用于涂料、塑料、橡胶、化工、纺织等工业^[2]。纳米三氧化二锑在电子陶瓷领域用作添加剂, 效果优于普通三氧化二锑, 而且其用量和添加量远低于普通三氧化二锑, 有很好的应用前景^[3]。目前三氧化二锑的生产方法主要分为气相法和液相法两大类: 气相法主要通过加热、冷却过程制备纳米粉体, 包括气体蒸发法、等离

子法等; 液相法包括沉淀法、水解法、溶胶-凝胶法等。本文中采用等离子法^[4], 以工业三氧化二锑为原料制备纳米三氧化二锑。

1 实验

1.1 主要原料

工业三氧化二锑, 云南木利锑业有限公司生产, d_{50} (粉体中 50%的颗粒粒径小于该粒径) 为 2.065 μm , 化学组分分析如表 1 所示。

表 1 工业三氧化二锑的化学分析

Tab.1 Chemical analysis of industrial Sb₂O₃

成分	Sb ₂ O ₃	PbO	As ₂ O ₃	Cd	Cu	Fe	S	Se
质量分数/%	99.890	0.050	0.037	0.000	1.000	8.001	4.001	0.003

1.2 主要设备

实验设备主要包括等离子体发生器、粉体输送机、等离子反应炉、冷却回收装置、旋风收集器、布袋收集器。工艺流程如图 1 所示。

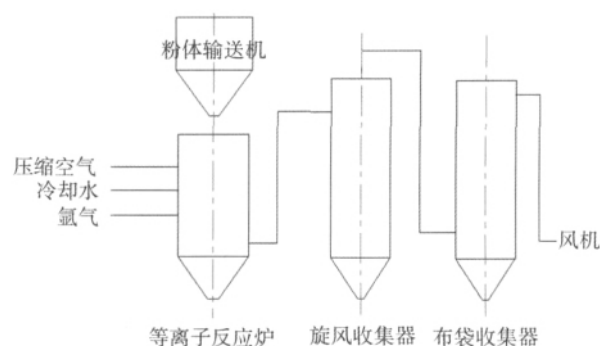


图 1 高频等离子工艺流程图

Fig.1 Process chart of radio frequency plasma

1.3 工艺流程

工作气为压缩空气, 工作气量为 30 m³/h。高频等离子体发生器的输入功率为 100 kW, 产生 4 000~7 000 $^{\circ}\text{C}$ 的高温气体作为热源, 将 2~10 μm 工业三氧化二锑粉体通过给料器从顶部输送到等离子反应炉弧区内, 粉体受热熔化和气化, 经特制的骤冷器进行骤冷, 最后经布袋收集, 得到纳米三氧化二锑粉体^[5-7]。高频等离子设备主要工艺参数如表 2 所示。

收稿日期: 2011-11-29, 修回日期: 2012-01-16。

第一作者简介: 黎明(1984—), 男, 硕士, 研究实习员, 研究方向为纳米材料的制备。E-mail: cailiaoliming@163.com。

表 2 高频等离子设备主要工艺参数
Tab.2 Experimental parameters for radio frequency plasma method

参数	数值
输入功率/kW	100
载气	空气
边气气量/(m ³ ·h ⁻¹)	9.6~10.4
中气气量/(m ³ ·h ⁻¹)	5
阳极电压/kV	8~9
阳极电流/A	11~12.5
栅极电流/A	1.2~1.6

2 结果与讨论

2.1 化学成分分析

纳米三氧化二锑粉体的微量元素含量经北京市理化分析测试中心检测,结果如表 3。从表中数据可以看出,样品中所含杂质的含量非常低,只有微量元素铅的含量最高,质量分数仅为 153×10⁻⁶,说明采用高频等离子设备制备纳米粉体,对原料不会造成污染。

表 3 纳米三氧化二锑粉体杂质的化学分析
Tab.3 Chemical analysis of Sb₂O₃ nano-particles

成分	砷	铅	铁	铜	锌	镉
质量分数×10 ⁶	0.68	153.00	21.24	0.11	11.26	7.46

2.2 比表面积

比表面积是表征纳米粉体的重要参数。根据国标 GB/T 13390—1992,采用 ST-03 型比表面测定仪测试纳米三氧化二锑粉体的比表面积为 90.9 m²/g。

2.3 加料速率对纳米三氧化二锑粒径的影响

采用 X 射线小角散射仪测试粉体粒度,研究不同的加料速率对制备的纳米三氧化二锑粉体粒径的影响。结果如图 2 所示。可以看出,当加料速率为 10、20 kg/h 时,纳米三氧化二锑粉体的中位粒径分别为 25.7、50.9 nm。这是因为当粉体的加料速率越大,单位时间炉内的粉料量增大,粉体在保温炉的停留时间缩短,因此,粉体颗粒吸收的能量减小,造成纳米粒径增大。

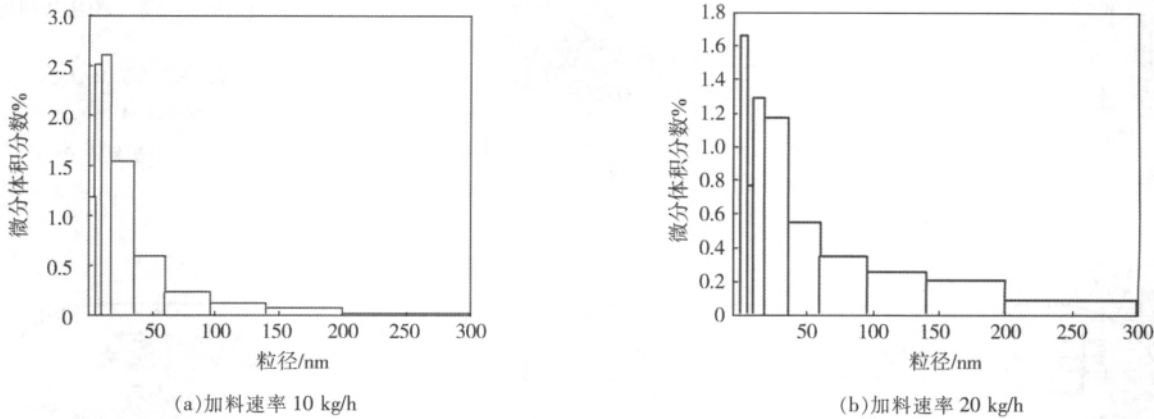


图 2 纳米三氧化二锑的粒度分布图
Fig.2 Particle size distribution of Sb₂O₃ nano-particles

2.4 加料速率对纳米三氧化二锑堆密度的影响

堆密度是指粉体质量除以该粉体所占容器的体积求得的密度,即质量一定时,体积越大,堆密度越小,所以粉体纳米化程度越好,堆密度越小。分别以 10、20 kg/h 的加料速率研究加料速率对纳米三氧化二锑粉体堆密度的影响。采用 HYL-103 型自然堆积法松装密度计测量粉体堆密度。加料速率为 10、20 kg/h 时,制备的纳米三氧化二锑粉体的堆密度分别为 0.188、0.250 g/cm³。实验数据表明,纳米三氧化二锑的堆密度随着加料速率的增大而增大。原因是加料速率增大,导致粉体纳米化效果下降,粉体粒径增大,比表面积减小,所以堆密度增大。

2.5 物相分析

图 3 为纳米三氧化二锑粉体的 X 射线衍射(XRD)谱图。可以看出,所有衍射峰均归属立方晶系的 Sb₂O₃,说明以工业三氧化二锑粉体为原料,采用高

频等离子体法可以制备立方晶系的纳米三氧化二锑粉体。

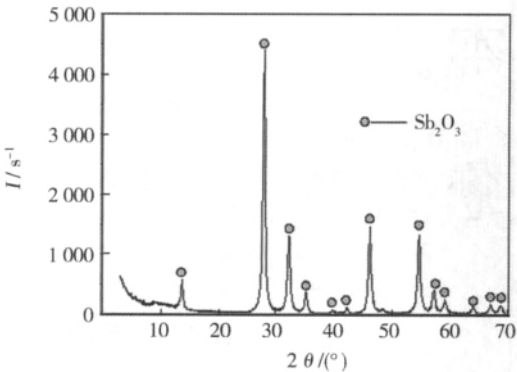


图 3 纳米三氧化二锑粉体的 X 射线衍射谱图
Fig.3 XRD pattern of Sb₂O₃ nano-particles

2.6 形貌分析

利用 SB-003 H-700 型透射电子显微镜(TEM),根据行业标准 JY/T001—1996《透射电子显微镜方法

· 粉体纳米技术 ·

通则》对纳米三氧化二锑粉体的样品形貌进行观察,结果如图 4 所示,放大倍数为 10 万倍。可以看出,高频等离子体法制备的纳米三氧化二锑为球形颗粒,最大粒径为 50 nm,最小粒径为 10 nm,平均粒径为 30 nm,颗粒间分散性较好。

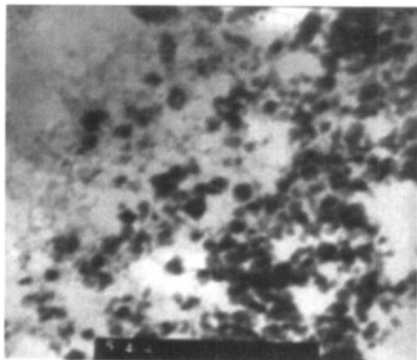


图 4 纳米三氧化二锑粉体的透射电镜图像
Fig.4 TEM images of Sb_2O_3 nano-particles

3 结论

1) 以工业三氧化二锑粉体为原料,通过高频等离子体加热,粉体经气化和骤冷,可以制备高纯纳米级三氧化二锑粉体。

2) 物相和形貌分析表明,纳米三氧化二锑粉体属

于立方晶系,粉体颗粒为球形,最大粒径为 50 nm,最小粒径为 10 nm,平均粒径为 30 nm。

3) 堆密度和比表面积测试结果表明,纳米三氧化二锑的粉体堆密度和粒径都随着加料速率的增大而增大,加料速率为 10 kg/h 时,纳米三氧化二锑粉体的堆密度为 0.188 g/cm^3 ,中位粒径为 25.7 nm,比表面积为 $90.9 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

参考文献 (References):

- [1] 王西晓, 陈建农. 纳米技术与氧化锑[J]. 阻燃材料与技术, 2003(3): 5-8.
- [2] 宋燕妮. 三氧化二锑超微细粉体材料的一种制备工艺[J]. 贵州化工, 1996(1): 33-36.
- [3] 尹荔松, 周岐发, 张进修. 纳米 Sb_2O_3 阻燃微粉的制备、阻燃机理及阻燃特性[J]. 长沙铁道学院学报, 2001(2): 61-64.
- [4] 王彩华. 纳米氧化铝粉末制备方法概述[J]. 阜阳师范学院学报: 自然科学版, 2006, 23(3): 45-47.
- [5] 王翔, 黎明, 高跃生, 等. 高频等离子法制备球形硅微粉的工艺研究[J]. 科技资讯, 2010(29): 31-32.
- [6] 纪崇甲. 球形微米和纳米级 SiO_2 的生产新工艺[J]. 中国粉体技术, 2003, 9(1): 36-37.
- [7] ANANTHAPADMANABHAN P V, THIYAGARAJAN T K, SREEK-UMAR K P, et al. Formation of nano-sized alumina by in-flight oxidation of aluminium powder in a thermal plasma reactor[J]. Scripta Materialia, 2004, 50: 143-147.

电子元件与材料

ELECTRONIC COMPONENTS AND MATERIALS

- 获第二届、第三届国家期刊奖 • 中国科技核心期刊 • 全国中文核心期刊
- CA 数据库收录源 • IEE INSPEC 收录源 • Electr Electron Abstr 收录源

集专业、创新、实用于一体 致力于打造本行业产学研交流平台

本刊是一本立足电子元件行业,服务电子全行业的专业期刊。集权威性、前瞻性和实用性为一体,贴近市场,贴近企业,是本行业中从事管理、决策、科研、设计、制造、使用、销售、采购部门和大专院校不可缺少的读物。

您想找到世界创新技术、高性能的电子元件与材料吗?想掌握本行业发展动态,了解国内外同行在做什么吗?想知道最新的国际电子市场信息,寻求最佳合作伙伴吗?

——请关注本刊相关栏目。

本刊主要栏目

发展动态	研究与试制	元器件应用
专家论坛	博士生论文	政策与管理
市场调研	经验点滴	技术快讯
标准与可靠性	产品导购	企业之窗

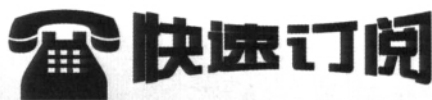
全年 12 期 月价: 12 元 全年订价: 144 元 免邮费

地址: 成都市一环路东二段 8 号宏明商厦 702 室 邮编: 610051



邮发代号:

62-36



直拨电话: 028-84399669(发行), 84391569(编)

传真: 028-66130269

邮箱: zhubei5148@163.com

发行主管: 朱蓓

本刊网站: www.cnelecom.net

订阅方式:

银行汇款: 开户名 电子元件与材料杂志社
开户行 中国工商银行成都市沙河支行营业室
帐号 4402211009006993354

欢迎订阅 2013 年《电子元件与材料》