



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02130961.2

[43] 公开日 2003 年 4 月 9 日

[11] 公开号 CN 1408639A

[22] 申请日 2002.9.23 [21] 申请号 02130961.2

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街 159 号

[72] 发明人 汤华国 马贤峰 赵伟 阎学伟

权利要求书 1 页 说明书 4 页

[54] 发明名称 碳化硼粉末的制备方法

[57] 摘要

本发明属于碳化硼粉末的制备方法，选择粒度小于 50 目，纯度大于 98% 的氧化硼、粒度小于 100 目，纯度大于 99% 的镁粉以及粒度小于 300 目，纯度大于 99% 的碳粉，按原子比 2:6:1 称量，将其加入高能球磨罐中，球料比为 15:1，氩气保护下密封，球磨罐转速为 950 - 1550 转/分，球磨时间为 2 - 4 小时；再将球磨过的混合粉料装入铁坩锅中，氩气保护下放入温度为 510 - 1000℃ 马沸炉中，反应时间 2 - 30 分钟，产物用 2mol/L 的盐酸除去生成的氧化镁，产物纯度为 95 - 99%。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 一种碳化硼粉末的制备方法,其特征在于选择粒度小于 50 目;纯度大于 98%的氧化硼、粒度小于 100 目,纯度大于 99%的镁粉以及粒度小于 300 目,纯度大于 99%的碳粉,按原子比 2: 6: 1 称量,将其加入高能球磨罐中,球料比为 15: 1,氩气保护下密封,球磨罐转速为 950-1550 转/分,球磨时间为 2-4 小时;再将球磨过的混合粉料装入铁坩埚中,氩气保护下放入温度为 510-1000℃马沸炉中,反应时间 2-30 分钟;产物用 2mol/L 的盐酸除去生成的氧化镁;产物纯度为 95-99%。

## 碳化硼粉末的制备方法

技术领域：本发明属于碳化硼粉末的制备方法。

背景技术：碳化硼是最近十几年研究发展的新兴技术材料，它是最硬的人造物质之一，其莫氏硬度为 9.36, 仅次于金刚石和立方氮化硼。抗压强度、抗弯强度和韧性均优于碳硅硼和碳化硅, 磨削效率和研磨质量仅次于金刚石, 极适用于各种硬质合金、宝石等硬质材料的磨削、研磨、钻孔、抛光。碳化硼化学性质稳定, 与稀酸和碱溶液不起反应, 和铬、铜、铁、镍、钴、硅、钛等金属熔融物没有反应或反应不大, 具有制造极优的耐火材料和特殊要求的化学装置材料的宝贵性质。此外利用碳化硼高化学位, 中子吸收功能以及耐磨, 半导体导电性等特殊性质, 可在金属硼化物的制取, 冶金, 原子反应, 精密测量, 精密电气仪表制造和特殊焊接等尖端技术上获得应用。

碳热还原法是工业上制备碳化硼的基本方法, 成都科技大学出版社出版的《硼化合物的生产和应用》一书中详细的阐述该制备方法, 但反应所需要的温度高 (大于  $2400^{\circ}\text{C}$ )、反应时间长 (3-5 小时), 且所得到的样品块体较大, 由于碳化硼具有很高的硬度, 极难破碎, 细颗粒的碳化硼粉末的制造成本高。而普通的碳镁还原法, 反应温度高 (大于  $1200^{\circ}\text{C}$ ), 效率低。迄今为止, 尚无低温下制备碳化硼粉末的报道。

发明内容：本发明的目的是提供一种碳化硼粉末的合成方法，通过机械合金化技术和自蔓延高温合成技术实现碳化硼粉末的低温快速合成。

本发明采用氧化硼、镁粉以及碳粉为原料，采用机械合金化装置，通过球的撞击、剪切、摩擦等方式，将宏观的动能提供给体系，实现原料的充分混合和高活性化；在较低的温度下燃烧高活性混合粉末，依靠反应自身放出的能量，使固相燃烧反应充分的进行，实现碳化硼粉末的合成。机械合金化装置提供的能量大，得到的混合粉末反应活性高，在较低的温度下容易被点燃。该方法具有工艺简单、操作方便、反应温度低、反应时间短、可直接得到细颗粒粉末等特点。

本发明的过程是选择粒度小于 50 目，纯度大于 98%的氧化硼、粒度小于 100 目，纯度大于 99%的镁粉以及粒度小于 300 目，纯度大于 99%的碳粉，按原子比 2: 6: 1 称量，将其加入高能球磨罐中，罐的直径是 54 毫米，高是 54 毫米，磨罐和磨球均为碳素钢材质。球料比为 15: 1，氩气保护下密封，球磨罐转速为 950-1550 转/分，球磨时间为 2-4 小时；再将球磨过的混合粉料装入铁坩埚中，氩气保护下放入温度为 510-1000℃马沸炉中，反应时间 2-30 分钟。产物用 2mol/L 的盐酸除去生成的氧化镁。

产物经 X 射线粉末衍射证实为碳化硼。显微观察粉末粒度为 10-100um。碱中和容量法分析，产物纯度为 95-99%。

本发明提供的实施例如下：

实施例 1：将氧化硼，粒度小于 50 目，纯度大于 98%、与镁粉，

粒度小于 100 目，纯度大于 99%以及碳粉，粒度小于 300 目，纯度大于 99%，按原子比 2: 6: 1 称量，原料重量 10 克，钢球 150 克；氩气保护下放入高能球磨罐中密封。球磨罐沿垂直方向旋转，转速为 950 转/分，球磨时间 2 小时；将得到的混料装入铁坩埚中，再将坩埚放入 1000°C 的马沸炉中，反应时间 30 分钟。产物用 2mol/L 的盐酸除去生成的氧化镁，洗成中性，烘干。经粉末 X 射线分析，产物为碳化硼。显微观察，产物粒度小于 100um。碱中和容量法分析，产物纯度大于 95%。

实施例 2：将氧化硼、镁粉以及碳粉，粒度、纯度同前，按原子比 2: 6: 1 称量，原料总量 10 克，球料比 15: 1，氩气保护下密封。球磨罐沿垂直方向旋转，转速为 1280 转/分，球磨时间 2.5 小时；将得到的混料装入铁坩埚中，再将坩埚放入 850°C 的马沸炉中，反应时间 22 分钟。产物用 2mol/L 的盐酸除去生成的氧化镁，洗成中性，烘干。经粉末 X 射线分析，产物为碳化硼。显微观察，产物粒度小于 83um。碱中和容量法分析，产物纯度大于 95%。

实施例 3：将氧化硼、镁粉以及碳粉，粒度、纯度同前，按原子比 2: 6: 1 称量，原料总量 10 克，球料比 15: 1，氩气保护下密封。球磨罐沿垂直方向旋转，转速为 1400 转/分，球磨时间 3.5 小时；将得到的混料装入铁坩埚中，再将坩埚放入 600°C 的马沸炉中，反应时间 10 分钟。产物用 2mol/L 的盐酸除去生成的氧化镁，洗成中性，烘干。经粉末 X 射线分析，产物为碳化硼。显微观察，产物粒度小于 35um。碱中和容量法分析，产物纯度大于 97%。

实施例 4：将氧化硼、镁粉以及碳粉，粒度、纯度同前，按原子比 2：6：1 称量，原料总量 10 克，球料比 15：1，氩气保护密封。球磨罐沿垂直方向旋转，转速为 1550 转/分，球磨时间 4 小时；将得到的混料装入铁坩埚中，再将坩埚放入 510°C 的马沸炉中，反应时间 2 分钟。产物用 2mol/L 的盐酸除去生成的氧化镁，洗成中性，烘干。经粉末 X 射线分析，产物为碳化硼。显微观察，产物粒度小于 10um。碱中和容量法分析，产物纯度大于 99%。