

# 用液雾氧化燃烧工艺制备

## $\text{SnO}_2/\text{In}_2\text{O}_3$ 纳米粉<sup>①</sup>

陈世柱 尹志民

(中南工业大学材料科学与工程系, 长沙 410083)

胡林轩

(柳州华锡集团公司, 柳州 545005)

**摘 要** 将 Sn 和 In 先熔炼成合金, 然后通过气雾喷粉工艺, 由高压富氧气体使合金熔体雾化成微细的金属雾滴, 并随即在燃烧道中直接氧化燃烧而生成  $\text{SnO}_2/\text{In}_2\text{O}_3$  纳米级复合的陶瓷粉末, 其粒度  $\leq 25 \text{ nm}$ 。

**关键词** 液雾氧化燃烧 纳米粉末  $\text{SnO}_2$   $\text{In}_2\text{O}_3$

$\text{SnO}_2/\text{In}_2\text{O}_3$  是一种用于电子工业的复合陶瓷粉末, 要求粒度在  $100 \text{ nm}$  以下、杂质含量低于  $0.1\%$ 、并且混合十分均匀。由于粒度要求细微、成分配比严格、杂质含量低等方面的原因, 加上实现工业生产规模的要求, 用一般化学共沉淀法、电解法等工艺手段很难满足上述要求。采用金属液雾氧化燃烧工艺<sup>[1, 2]</sup> 不仅制备出了成份配比均匀、粒度  $\leq 25 \text{ nm}$  的高纯  $\text{SnO}_2/\text{In}_2\text{O}_3$  复合粉末, 而且还具有生产效率高, 成本低及无污染等特点, 为制备金属氧化物及其复合粉末找到了一条切实可行的新途径。

## 1 试验方法

将提纯的 Sn 和 In 按金属氧化物的配比要求配料, 并于陶瓷坩埚中熔炼成合金熔体, 然后过热到一定的温度, 再引入一特制的雾化器中用预热的富氧气体介质进行雾化, 以形成微细的金属液雾, 雾滴的平均直径约  $20 \mu\text{m}$ , 液雾随即被点燃着火, 并在燃烧道中进行剧烈氧化燃烧, 发出耀眼的亮光, 同时生成微黄色的  $\text{SnO}_2/\text{In}_2\text{O}_3$  纳米粉末。

图 1 是该工艺的流程框图。从工艺过程看液雾氧化燃烧与汽油、柴油等可燃性液体的液雾氧化燃烧区别不大, 但其燃烧的目的是大不一样的。在这里, 燃烧金属并非以提供热能为目的而是以获得燃烧产物为目的, 因而要求燃烧更稳定、更充分, 对燃烧所产生的大量热能应能合理地处理与利用, 否则将导致燃烧道的温度欠低或过高, 都不利于金属液雾持续稳定的燃烧。此外, 对燃烧产物的冷却收集要有相应的工艺措施与设备, 以确保粉末不会发生污染、团聚及飞散。

## 2 试验结果

通过上述液雾氧化燃烧工艺制得的粉末经 X 射线衍射 (XRD) 分析, 得结果如图 2 所示。分析表明其谱线分别为  $\text{SnO}_2$  和  $\text{In}_2\text{O}_3$  晶体的衍射谱线, 说明所配制的合金的组元已被同时氧化, 而且氧化反应是完全的。

将液雾氧化燃烧工艺制备的  $\text{SnO}_2/\text{In}_2\text{O}_3$  微粉用 H-800 透射电镜分析其球形粒径, 得图 3 所示  $\text{SnO}_2/\text{In}_2\text{O}_3$  粉末的电镜照片, 从该照片中可以清楚地看出粉末的形貌为球形或类球

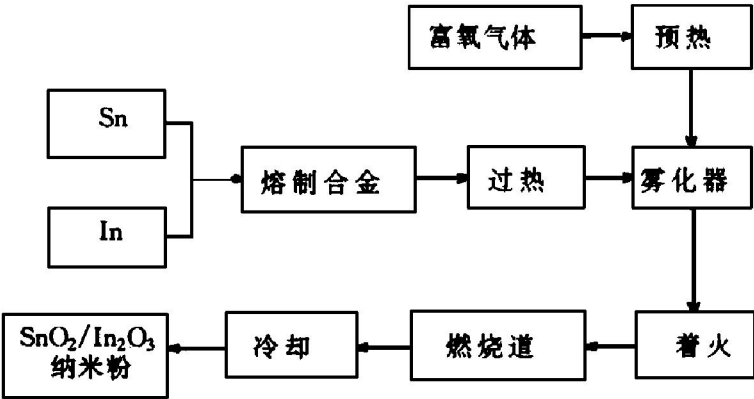


图 1 液雾氧化燃烧工艺流程框图

合金组元 Sn 和 In 的金属氧化物, 而且其陶瓷粉末的粒度  $\leq 25\text{ nm}$ , 可见用液雾氧化燃烧工艺确是制备  $\text{SnO}_2/\text{In}_2\text{O}_3$  纳米级复合粉末的可行工艺。此外, 合金的液雾氧化燃烧反应速度快, 经测试制备  $1\text{ kg SnO}_2/\text{In}_2\text{O}_3$  复合粉的时间约为  $48\text{ s}$ , 其生产效率之高是共沉淀法或电解法所难以达到的, 因而, 该工艺宜应用于工业规模生产。

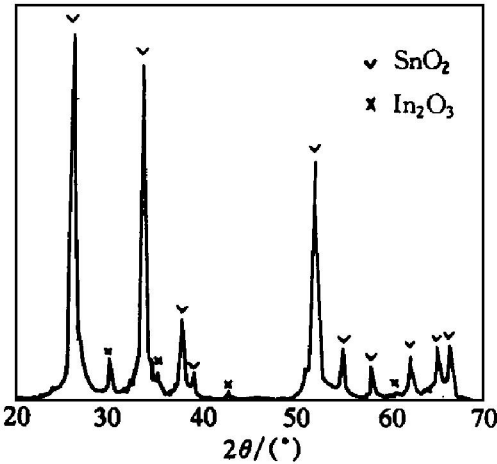


图 2 燃烧产物的 XRD 分析结果

3 工艺特点分析

以上试验结果表明, 液雾氧化燃烧工艺是快速制备高纯  $\text{SnO}_2/\text{In}_2\text{O}_3$  纳米复合粉的有效途径。而该工艺之所以能快速制备出纳米级金属氧化物, 分析认为主要有以下两方面的原因:

- (1) 金属熔体的高效雾化增加了金属熔体与氧气接触的表面积。  
雾化的目的在于增大金属熔体与氧气接触的表面积, 表面积越大, 越有利于充分氧化燃烧。本试验在对  $\text{Sn-In}$  合金熔体进行雾化时, 由于通过了一特定的喷嘴<sup>[3]</sup>, 使合金熔体雾化成平均粒径为  $20\text{ }\mu\text{m}$  左右的微滴。这样, 表面积比该合金熔体呈球形时的表面积增大 3 000 余倍, 有利于合金熔体的充分燃烧, 从而获得高纯的金属氧化物粉末。
- (2) 金属液雾燃烧时的强烈挥发与氧化膜的快速剥离使得氧化物粉末细微。

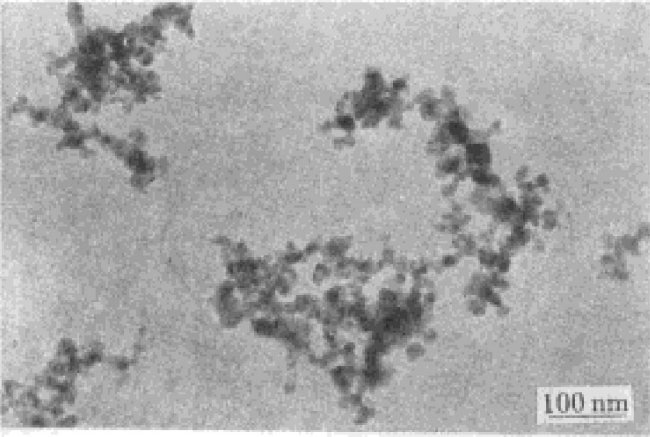


图 3  $\text{SnO}_2/\text{In}_2\text{O}_3$  粉体的透射电镜照片

形, 而粉末的最大粒径约为  $25\text{ nm}$ , 最小的粒径约  $15\text{ nm}$ 。  
从以上的 XRD 及 TEM 分析结果看, 由前述液雾氧化燃烧工艺所制备的燃烧产物不仅是

金属液雾燃烧时将出现强烈挥发<sup>[4-7]</sup>由于气相中形成了原子级别的氧化燃烧反应,使反应产物细微;另一方面,在喷雾燃烧过程中,高压富氧气体喷射速度高达亚音速,合金微珠以及氧化物在燃烧道中形成气-液-固三相高速流场,表面所生成的氧化物薄膜很快在高速流场中受摩擦和碰撞的作用而被迅速剥离(此后在表面张力的作用下形成球形及类球形粉末),由于氧化物膜显然只占微细金属雾滴的极少部分,这就使得合金液雾氧化燃烧工艺能够制备出纳米级氧化物粉末。

## 4 结论

通过以上分析,可以得到以下结论:

(1) 采用液雾氧化燃烧工艺能获得  $\text{SnO}_2/\text{In}_2\text{O}_3$  纳米级复合粉,其粉末粒径在 15~25 nm 之间。

(2) 由于  $\text{Sn-In}$  合金熔体的高效雾化,使

得合金熔体与氧气接触的表面积得以增加,合金液雾燃烧时的强烈挥发与氧化膜的快速剥离是合金熔体获得充分氧化燃烧及制得纳米级氧化物粉末的两个重要原因。

## 参考文献

- 1 尹志民,陈世柱等. CN92107155. 8.
- 2 尹志民,陈世柱等. 中国有色金属学报, 1994, 4(4): 60.
- 3 Chen Shizhu, Yin Zhimin. Nonferrous Met Soc China, 1996, 9: 108.
- 4 周力行. 燃烧理论和化学流体力学. 北京: 科学出版社, 1986, 73-465.
- 5 曲作家等. 燃烧理论基础. 北京: 国防工业出版社, 1989, 72-125.
- 6 Kanury A M. Introduction to Combustion Phenomenon. New York: Gordon and Breach Science Publishers, Inc. 1977.
- 7 Strehlow R A. Combustion Fundamentals. New York: McGraw-Hill Book Company. 1984.
- 8 朱谷君. 工程传热传质学. 北京: 航空工业出版社, 1989, 318-336.
- 9 周强泰. 两相流动和热交换. 北京: 水利电力出版社, 1990, 103-129.

# ATOMIZING-COMBUSTION TECHNIQUE FOR PREPARATION OF $\text{SnO}_2/\text{In}_2\text{O}_3$ NANO-SIZED POWDER

Chen Shizhu, Yin Zhimin

*Department of Materials Science and Engineering,  
Central South University of Technology, Changsha 410083*

Hu Linxuan

*Liuzhou Huaxi Company, Liuzhou 545005*

**ABSTRACT** After Sn and In being smelted an alloy, the superheated alloy is atomized into fine melted droplets by a nozzle, and the oxy-burning reaction occurs in burning tower immediately. Because oxygen content in the atomizing gas is very high, oxy-burning reaction is very intense, so the size of  $\text{SnO}_2/\text{In}_2\text{O}_3$  nano-size powder prepared is less than 25 nm.

**Key words** atomizing-combustion nano-sized powder  $\text{SnO}_2$   $\text{In}_2\text{O}_3$

(编辑 黄劲松)