華東理工大學学报 自然科学版 Natural Science Edition
JOURNAL OF EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY

不同氧化铝前驱体相转过程的研究

孙小曼 李蔚 刘会娇 汪霖 杨丛林

Phase Transition Process of Different Al_2O_3 Precursors

SUN Xiaoman, LI Wei, LIU Huijiao, WANG Lin, YANG Conglin

在线阅读 View online: http://doi.org/10.14135/j.cnki.1006-3080.20200316001

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

以Al_2O_3为黏结剂制备的Pt-WO_3/ZrO_2/Al_2O_3催化剂上的正庚烷异构化

n-Heptane Hydroisomerization over Alumina Binder-Shaped Pt-WO_3/ZrO_2/Al_2O_3 Catalysts

华东理工大学学报（自然科学版）. 2018, 44(6): 807-815 http://doi.org/10.14135/j.cnki.1006-3080.20171114003

h-BN与Al_2O_3复配填充共聚甲醛导热材料的制备及性能

Preparation and Properties of Thermally Conductive Co-POM Materials Filled with Composite of h-BN and Al_2O_3

华东理工大学学报（自然科学版）. 2019, 45(3): 419-423 http://doi.org/10.14135/j.cnki.1006-3080.20180408001

Cu/ZnO/Al_2O_3改性催化剂上CO_2加氢制甲醇的本征动力学

Intrinsic Kinetics of Hydrogenation of CO_2 towards Methanol on a Cu/ZnO/Al_2O_3 Modified Catalyst

华东理工大学学报（自然科学版）. 2020, 46(3): 326-333 http://doi.org/10.14135/j.cnki.1006-3080.20190227001

环氧树脂/聚醚砜/纳米氧化铝复合材料的力学性能及介电性能

Mechanical and Dielectric Properties of Epoxy Resin/Polyether Sulfone/Nano-Al_2O_3 Composites

华东理工大学学报（自然科学版）. 2018(2): 211-218 http://doi.org/10.14135/j.cnki.1006-3080.20170227002

水基Al_2O_3纳米流体强化闭式冷却塔内传热过程数值模拟

Numerical Simulation for Heat Transfer Enhancement by Using Al_2O_3-Water Nanofluids in Closed Cooling Tower

华东理工大学学报（自然科学版）. 2018(4): 524-528,587 http://doi.org/10.14135/j.cnki.1006-3080.20170829004

Pd/$CeZrO_x$-Al_2O_3/Cordierite整体式催化剂的制备及其丙烷催化燃烧性能

Preparation of Pd/$CeZrO_x$-Al_2O_3/Cordierite Monolithic Catalysts and Their Catalytic Performance for Catalytic Combustion of Propane

华东理工大学学报（自然科学版）. 2020, 46(1): 29-34 http://doi.org/10.14135/j.cnki.1006-3080.20181007001

扫码关注公众号，获取更多信息！

文章编号：1006-3080(2021)04-0420-07 DOI：10.14135/j.cnki.1006-3080.20200316001

不同氧化铝前驱体相转过程的研究

孙小曼[1]， 李 蔚[1]， 刘会娇[1]， 汪 霖[2]， 杨丛林[3]

（1. 华东理工大学材料科学与工程学院，上海 200237；2. 南通特乃博高新材料有限公司，江苏南通 226600；3. 中国铝业股份有限公司山东分公司，山东淄博 255052）

摘要：以勃姆石（γ-AlOOH）、γ-Al_2O_3为前驱体，MgO为添加剂，采用扫描电子显微镜（SEM）、X射线衍射（XRD）、粒径分布等表征手段，对两种前驱体转变为α-Al_2O_3的相转过程进行了研究。研究发现，在未掺杂添加剂的情况下，γ-Al_2O_3、γ-AlOOH经煅烧转变为α-Al_2O_3时均经历了γ-Al_2O_3→θ-Al_2O_3→α-Al_2O_3的过程，完全转变为α-Al_2O_3的温度分别为1 200 ℃和1 100 ℃。MgO对Al_2O_3的相转过程有促进作用，MgO掺杂量适当（0.5%，质量分数）时促进作用最明显，掺杂量过高或过低对相转的促进作用均减弱。当MgO掺杂量为0.5%（质量分数）时，γ-Al_2O_3完成α相转的温度为1 050 ℃，比没有掺杂MgO时温度降低了150 ℃。当MgO掺杂量为0.3%、0.5%时，γ-AlOOH完全转变为α-Al_2O_3的温度最低为1 075 ℃，比没有掺杂MgO时温度降低了25 ℃。并对影响α-Al_2O_3相转温度的机理进行了分析。

关键词：勃姆石（γ-AlOOH）；γ-Al_2O_3；氧化镁；相转

中图分类号：TQl74.75 **文献标志码：**A

α-Al_2O_3因具有高硬度以及超高的耐磨、耐热、耐化学腐蚀性和表面光滑性等一系列的优异特性，被广泛用于机械、冶金、石油、化工、电子、光学、航空航天等领域。目前制备α-Al_2O_3粉体的工艺有很多，除了水热法等少数方法，大多数工艺都是采用不同的前驱体，包括三水铝石（$Al(OH)_3$）[1]、勃姆石（γ-AlOOH）[2]、硫酸铝铵[3]、碳酸铝铵[4-5]和γ-Al_2O_3[6-7]等，将这些前驱体在一定温度下煅烧后获得α-Al_2O_3粉体。通常情况下，完成α-Al_2O_3相转的煅烧温度为1200~1400 ℃。由于煅烧温度较高，所获得的α-Al_2O_3粉体颗粒往往较粗，团聚较严重。

为此，人们采用很多方法来降低煅烧温度。一种常见的方法是添加晶种和助剂。如文献[8-9]在勃姆石凝胶中引入w=1.5%的α-Al_2O_3晶种，可以将α-Al_2O_3的相转温度降低到1075 ℃；陈玮等[10]在$Al(OH)_3$原料中添加一定量的AlF_3，发现α-Al_2O_3的相转温度降低了150 ℃。对前驱体进行活化处理是另一种常见的降低合成α-Al_2O_3粉体温度的方法。如Yong等[11]将Al_2O_3前驱体三水铝石球磨40 h后，该前驱体转变为α-Al_2O_3时煅烧温度下降了300 ℃。

为了更深入了解煅烧过程，人们还对不同原料在煅烧过程中的相转进行了比较。比如，Tonejc等[12]对比了煅烧γ-AlOOH和$Al(OH)_3$前驱体时α-Al_2O_3的相转过程，发现在煅烧过程中，γ-AlOOH依次经过了γ-Al_2O_3、δ-Al_2O_3、θ-Al_2O_3中间相，α-Al_2O_3在850 ℃开始形成；而$Al(OH)_3$则经过了χ-Al_2O_3、κ-Al_2O_3中间相，α-Al_2O_3在800 ℃开始形成；在1300 ℃下两种前驱体都完全转变为单一α-Al_2O_3相。然而到目前为止，有关以γ-AlOOH和γ-Al_2O_3为前驱体制备α-Al_2O_3的相转过程的对比研究以及相转温度降低的研究均较少。

本文比较分析了γ-AlOOH和γ-Al_2O_3两种不同的前驱体煅烧合成α-Al_2O_3的过程，并以MgO作为添加剂，分析其对γ-AlOOH和γ-Al_2O_3两种前驱体合

收稿日期：2020-03-16

作者简介：孙小曼（1995—），女，山东泰安人，硕士生，研究方向为氧化铝陶瓷。E-mail：15221006115@163.com

通信联系人：李 蔚，E-mail：liweiwei@ecust.edu.cn

引用本文：孙小曼，李 蔚，刘会娇，等. 不同氧化铝前驱体相转过程的研究 [J]. 华东理工大学学报（自然科学版），2021，47(4)：420-426.

Citation： SUN Xiaoman, LI Wei, LIU Huijiao, *et al*. Phase Transition Process of Different Al_2O_3 Precursors[J]. Journal of East China University of Science and Technology, 2021, 47(4): 420-426.

成 α-Al_2O_3 相转温度的影响。

1　实验部分

1.1　实验原料、试剂及仪器

γ-Al_2O_3 粉末: 纯度 99.99%(质量分数), 南通特乃博高新材料有限公司; γ-AlOOH: 纯度 99.99%(质量分数), 中国铝业股份有限公司山东分公司; MgO: 分析纯, 国药集团化学试剂有限公司, BET(Brunauer-Emmett-Teller)比表面积为 42.35 m^2/g, 计算其平均粒径(D_{50})为 39.6 nm。行星球磨机: YXQM-1L, 长沙米淇仪器设备有限公司。

1.2　测试与表征

采用德国 Bruker D8 型 X 射线衍射仪(XRD, CuKα 射线; 发射管电压: 40 kV; 电流: 40 mA; 扫描步长: 0.02°)测定烧结后样品的物相组成。

采用马尔文激光粒度仪(Zetasizer ZEN3700)测试粉体的粒度分布。将粉体按照 0.1 mg/mL 的质量浓度分散在去离子水中, 超声 30 min, 超声强度为 15 W/m^2, 转速为 3 000 r/min。然后取出需要的样品进行测试, 其余样品留在超声仪中, 测试时取出, 用马尔文激光粒度仪测定其粒度分布和平均粒径 D_{50}。

采用日本 Hitach 公司的 TM-3 030 扫描电子显微镜(SEM)观察粉体的形貌。

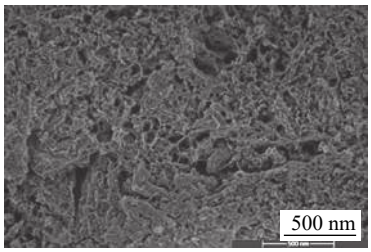
1.3　实验步骤

以 γ-Al_2O_3 及 γ-AlOOH 作为前驱体, MgO 作为添加剂, 分别在两种前驱体粉料中加入 MgO(掺杂量为 0、0.3%、0.5%、0.7%、1.0%, 质量分数, 全文同)。以去离子水为液体介质, 采用氧化锆研磨球, 粉料、水与研磨球的质量比为 1∶2∶3。用行星球磨机以 200 r/min 的转速球磨 30 min 后混合均匀。将球磨混合后的物料在烘箱中烘干成粉, 将烘干的粉料在不同温度下煅烧保温 1 h, 随炉自然冷却, 得到煅烧后的样品。

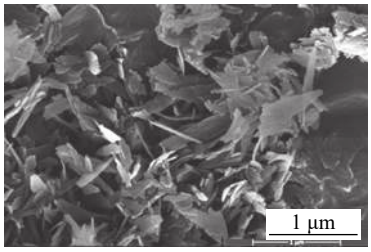
2　结果与讨论

2.1　不同前驱体对相变的影响

图 1 所示为 γ-Al_2O_3 和 γ-AlOOH 原料粉体的 SEM 照片。从图 1 可以看出, γ-Al_2O_3 颗粒细小, 连接在一起成多孔絮状; 而 γ-AlOOH 呈现为扁平的片状结构, 颗粒较粗。经 BET 测试仪直接测出 γ-Al_2O_3 的 BET 比表面积为 50.148 2 m^2/g; γ-AlOOH 的 BET 比表面积为 10.503 4 m^2/g。



(a)



(b)

图 1　γ-Al_2O_3(a)和 γ-AlOOH(b)原料粉体的 SEM 照片

Fig. 1　SEM images of γ-Al_2O_3 (a) and γ-AlOOH (b) raw powders

图 2 示出了未掺杂添加剂的 γ-Al_2O_3(a)和 γ-AlOOH(b)在不同温度下煅烧后的 XRD 图谱。从图 2(a)中可以清晰地看出, 在无添加剂的条件下, 当煅烧温度为 900 ℃ 时, γ-Al_2O_3 组成相未变化; 当煅烧温度升高到 1 050 ℃ 时, 样品主晶相依然是 γ-Al_2O_3, 但已有少量 θ-Al_2O_3 形成, α-Al_2O_3 的衍射峰也很明显, 说明此温度下已经有较多 α-Al_2O_3 形成。当煅烧温度升高到 1 100 ℃ 时, α-Al_2O_3 为主要的组成相, 但还有少量 γ-Al_2O_3 和 θ-Al_2O_3 存在。当煅烧温度达到 1 200 ℃ 时, 样品完全转变成 α-Al_2O_3, 没有其他杂相存在。从图 2(b)中可以看出, 当煅烧温度为 900 ℃ 时, 样品已经转变为 γ-Al_2O_3; 当煅烧温度继续升高到 1 050 ℃ 时, XRD 衍射图谱显示样品的主晶相已转变为 θ-Al_2O_3, 但也可发现有小的 α-Al_2O_3 的衍射峰, 说明已经有少量 α-Al_2O_3 形成。当煅烧温度升高到 1 100 ℃ 时, 样品已基本转变为 α-Al_2O_3 相, 没有发现其他相的衍射峰存在。当煅烧温度继续升高到 1 200 ℃ 时, α-Al_2O_3 的衍射峰强度继续增加。

对比图 2(a)和图 2(b)可以看出, 两种前驱体粉料在煅烧时都经历了 γ-Al_2O_3→θ-Al_2O_3→α-Al_2O_3 的变化过程, 但二者相变的具体过程和最终转变为 α-Al_2O_3 的温度却有明显区别。虽然 γ-Al_2O_3 和 γ-AlOOH 在 900 ℃ 煅烧后相组成均为 γ-Al_2O_3, 但当煅烧温度升高到 1 050 ℃ 时, 前者主要相组成为 α-Al_2O_3、γ-Al_2O_3 和少量 θ-Al_2O_3, 而后者的相组成则主要为 θ-Al_2O_3 和少量 α-Al_2O_3; 当煅烧温度升高到 1 100 ℃ 时, 相较于后者, 前者中依然有大量 γ-Al_2O_3 和 θ-Al_2O_3 相存在, 直到当煅烧温度进一步升高到 1 200 ℃ 时, 才完成向 α-Al_2O_3 相的转变, 而后者则在 1 100 ℃ 煅烧时已基

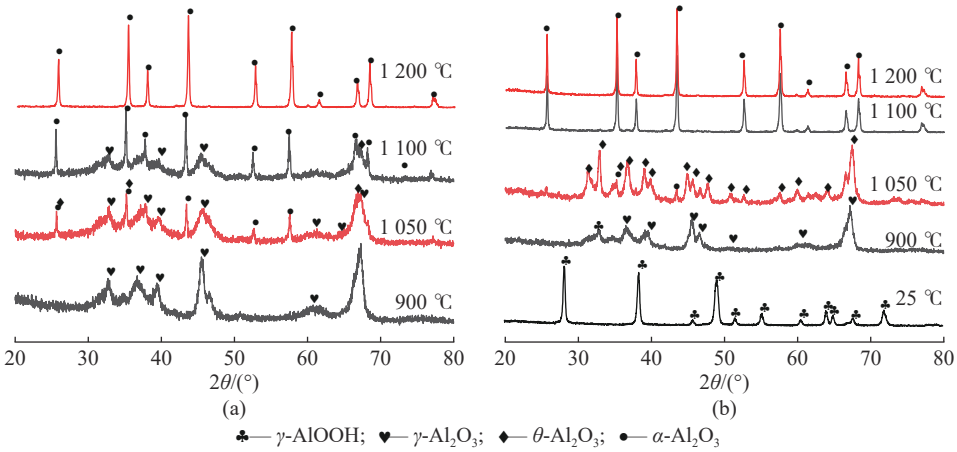


图2 未掺杂的 γ-Al_2O_3(a)和 γ-AlOOH(b)在不同温度煅烧后的 XRD 图谱

Fig. 2 XRD patterns of γ-Al_2O_3 (a) and γ-AlOOH (b) calcined without addition at different temperatures

本上完成了向 α-Al_2O_3 相的转变。

造成两种前驱体的 α-Al_2O_3 相转过程和相转完成温度差异的原因还不很清楚。一般认为,粉体颗粒越细,则活性越高,相转温度越低。从图1的 SEM 图可以看出,γ-Al_2O_3 颗粒明显小于 γ-AlOOH,但最后完全相转为 α-Al_2O_3 的温度反而高,这可能是因为 γ-AlOOH 在煅烧过程中生成的 γ-Al_2O_3 更容易发生相转有关。

图3示出了 γ-Al_2O_3 和 γ-AlOOH 原料在 900 ℃ 煅烧后所得 γ-Al_2O_3 粉体的粒径分布图。从图中可以看出,γ-Al_2O_3 经 900 ℃ 煅烧后所得粉体的平均粒径为 250 nm 左右,但粒度分布较宽(150~2 000 nm),而 γ-AlOOH 经 900 ℃ 煅烧后所得粉体的平均粒径为 300 nm 左右,但粒度分布较窄(160~600 nm)。众所周知,一般情况下,粉体的粒径越小,则活性越高,相转越容易进行和完成。对于 γ-Al_2O_3,由于其平均粒径较小,所以当温度升高至 1 050 ℃ 时,就已经有部分粉体完成了向 α-Al_2O_3 的转变,而 γ-AlOOH 由于平均粒径较大,所以在同样温度下转变成 α-Al_2O_3 的量较少。但是,由于 γ-Al_2O_3 的粒度分布较宽,存在较多粗颗粒,这部分粉体需要较高的温度才能完成相转,所以当温度继续升高时,粉体向 α-Al_2O_3 相转变的速度显得比较缓慢,直到温度升高至 1 200 ℃ 时才完成;而 γ-AlOOH 的粒度分布较窄,粗颗粒少,所以当温度升高到 1 100 ℃,就可以基本完成向 α-Al_2O_3 相的转变。

图4(a)、4(b)分别示出了前驱体 γ-Al_2O_3、γ-AlOOH 在最低相转温度下煅烧后所得 α-Al_2O_3 的 SEM 图谱。可以看出,两种前驱体煅烧后所得 α-Al_2O_3 均为颗粒状,颗粒尺寸 400 nm 左右,且均存在蠕虫状团聚。图4(a)中不仅存在粒径较小的颗粒,也存在团

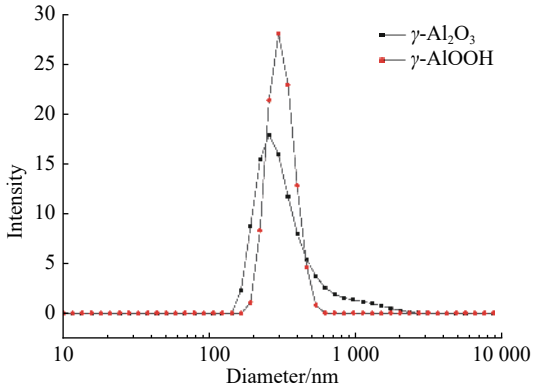


图3 γ-Al_2O_3 和 γ-AlOOH 在 900 ℃ 煅烧后的粒径分布曲线

Fig. 3 Particle size distribution curves of γ-Al_2O_3 and γ-AlOOH calcined at 900 ℃

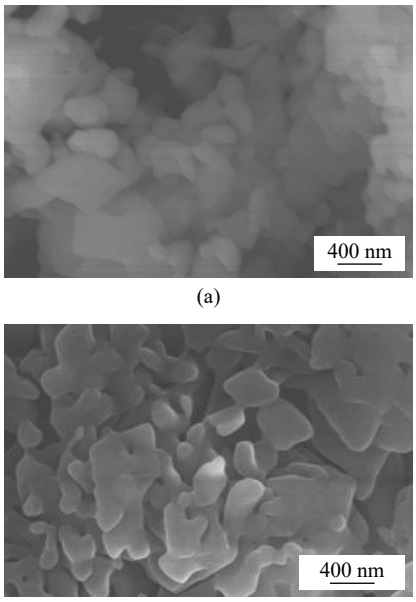


图4 γ-Al_2O_3 在 1 200 ℃(a)和 γ-AlOOH 在 1 100 ℃(b)煅烧后得到的 α-Al_2O_3 的 SEM 图

Fig. 4 SEM images of α-Al_2O_3 from calcined γ-Al_2O_3 at 1 200 ℃ (a) and γ-AlOOH at 1 100 ℃ (b)

聚较严重的颗粒, 颗粒尺寸分布较宽, 而图 4(b)中的颗粒也存在团聚但颗粒尺寸大小较均匀, 分布较窄。对照图 3 中的实验结果可以看出, 两种前驱体所得 α-Al_2O_3 粉体的粒径分布情况与 900 ℃ 煅烧后的粉体存在一致性。

2.2　掺杂 MgO 对不同前驱体相转的影响

图 5 示出了不同 MgO 掺杂量下 γ-Al_2O_3 相转过程的 XRD 谱图。对比图 2(a)和图 5 可以看出, 掺杂 MgO 不会改变 γ-Al_2O_3→θ-Al_2O_3→α-Al_2O_3 的变化过程, 但可以明显降低 γ-Al_2O_3 完全转变为 α-Al_2O_3 的温度。当 MgO 的掺杂量为 0.5% 时, 完成相转的温度仅为 1 050 ℃, 比未掺杂时低了 150 ℃。从图 5 中也可看到, 相转温度并不是随着 MgO 的掺杂量增加持续下降, 而是存在一个最佳掺杂量(0.5%), 当 MgO 的掺杂量高于或低于 0.5% 时, γ-Al_2O_3 完全转变为 α-Al_2O_3 相的温度升高到 1 100 ℃。造成上述现象的原因与 α-Al_2O_3 相转的机制有关。一般认为从 Al_2O_3 的过渡相(包括 γ-Al_2O_3、θ-Al_2O_3 等)向 α-Al_2O_3 的相转是由氧离子排列为 fcc 骨架的中间型相向氧离子排列为 hcp 骨架的转变, 属于晶格重构型相变, 该过程首先是 α 相的成核, 接着是 α-Al_2O_3 粒子的长大[13-15]。当 MgO 掺入时, 这个过程会受到以下几个方面的影响: (1)MgO 的加入作为成核基体会降低形核位垒, 促进非均相成核, 有利于相转的完成; (2)在煅烧过程中, MgO 有可能通过扩散固溶在 Al_2O_3 晶格表面层中[16-18]。由于 Mg^{2+}(78 pm)与 Al^{3+}(53 pm)半径相差较大, 同时价态不同, Mg^{2+}的加入不可避免会导致晶格畸变并形成空位, 这会提高 Al_2O_3 的活性, 使离子扩散速度提高, 也会促进相转在较低温度下进行。但是, 当 MgO 掺杂量过多时, MgO 与 Al_2O_3 反应形成 $MgAl_2O_4$ 的中间相, 这对 Al_2O_3 的扩散会产生不利影响, 因此 Al_2O_3 相转温度又会有所提高[19]。但本文实验样品的 XRD 谱图中未观察到 $MgAl_2O_4$ 的衍射峰, 这可能是由于 $MgAl_2O_4$ 的含量太少, 低于 XRD 的检测下限, 在之前的研究中也遇到过类似的情况[20]。

图 6 示出了不同 MgO 掺杂量下 γ-AlOOH相转过程的 XRD 谱图。对比图 2(b)和图 6 可以看出, 在 γ-AlOOH 中掺入适量 MgO(0.3%、0.5%)时, 完全转变为 α-Al_2O_3 的相转温度可降低至 1 075 ℃, 但过量

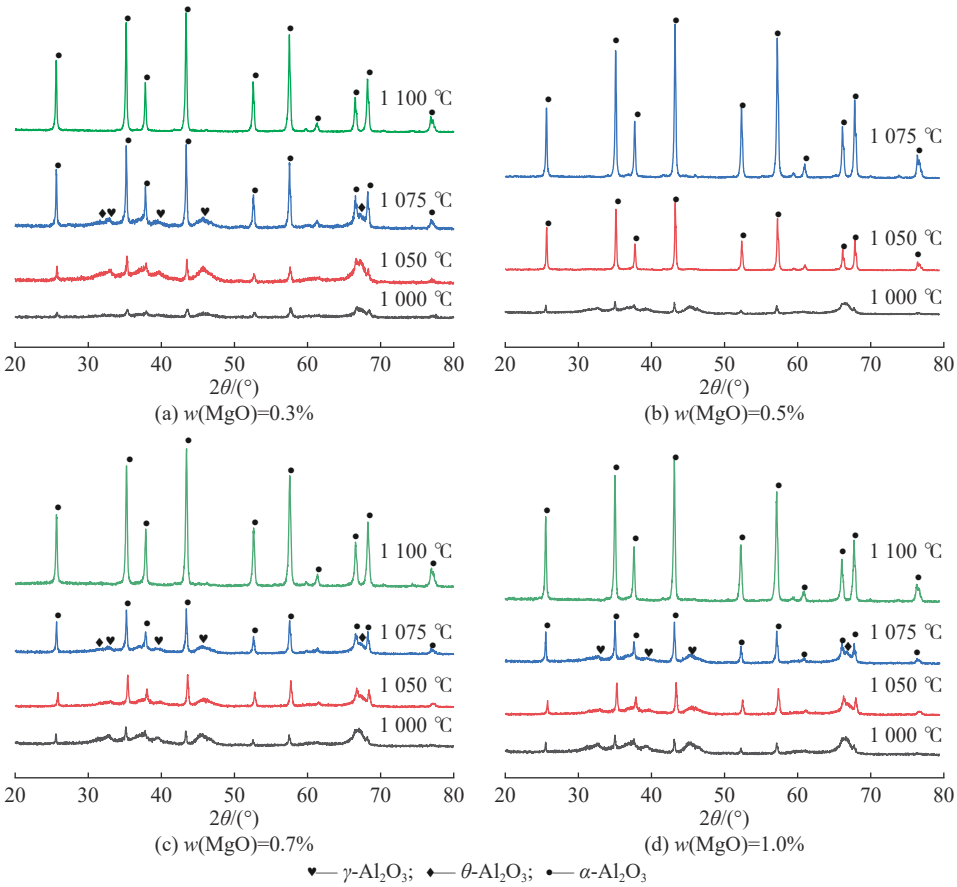


图 5　掺杂 MgO 的 γ-Al_2O_3 在不同温度煅烧后的 XRD 谱图

Fig. 5　XRD patterns of γ-Al_2O_3 calcined at different temperatures with MgO addition

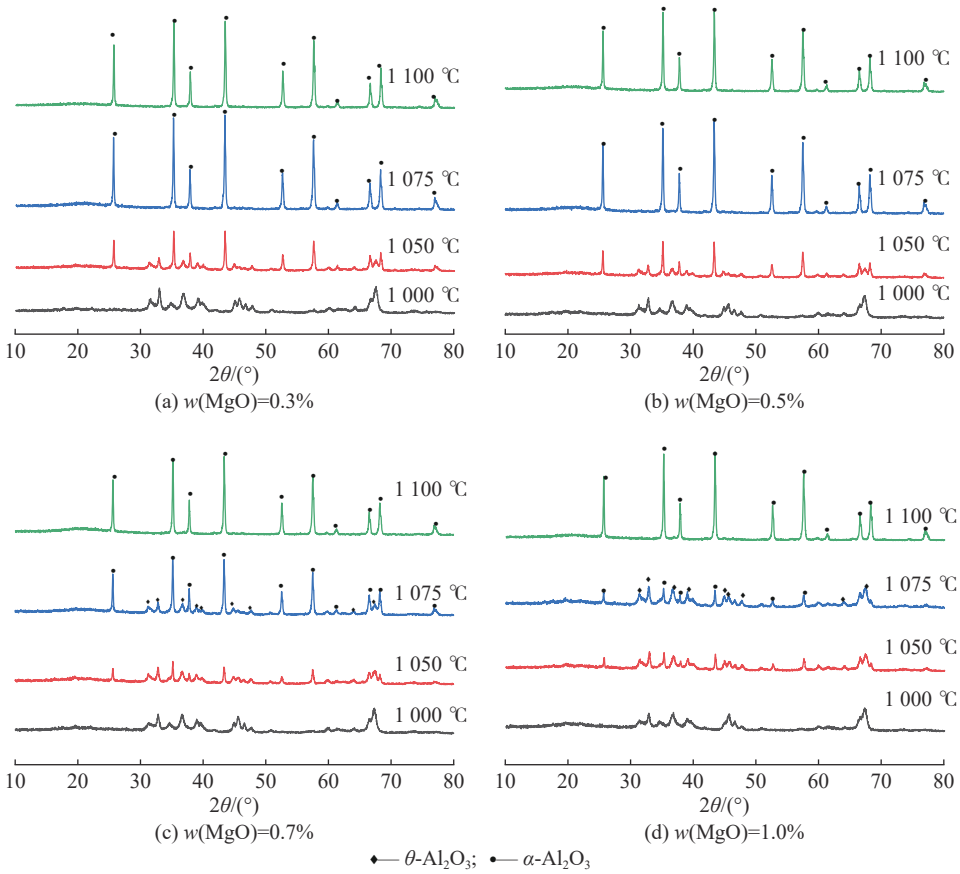


图 6 掺杂 MgO 的 γ-AlOOH 在不同温度煅烧后的 XRD 谱图

Fig. 6 XRD patterns of γ-AlOOH calcined at different temperatures with MgO addition

MgO(0.7%、1.0%)的掺入，则对降低 α-Al_2O_3 相转温度无明显影响。这与前面分析的 γ-Al_2O_3 中掺入不同 MgO 时的原因相似。

值得注意的是，MgO 对 γ-Al_2O_3 和 γ-AlOOH 两种前驱体的相转的促进作用程度不同，前者转变成 α-Al_2O_3 相的温度从 1200 ℃ 降低为 1050 ℃，后者则从 1100 ℃ 降低为 1075 ℃。显然，MgO 对 γ-Al_2O_3 的相转促进作用更明显。造成这种结果的原因可能与 MgO 在两种粉料中的分散均匀性有关。从图 1 的 SEM 图可以看到，原料粉体 γ-Al_2O_3 比 γ-AlOOH 更细，结构更疏松，因此在与 MgO 混合时，均匀性更好，对最后相转的促进作用也就更加明显。

图 7 为掺杂 MgO的 γ-AlOOH 在 1075 ℃ 煅烧后 α-Al_2O_3 的 SEM 图。对比图 4(b)和图 7 可以看出，掺杂 MgO 的 γ-AlOOH 煅烧后所得 α-Al_2O_3 颗粒更细小，结构更疏松，颗粒尺寸为 300 nm 左右，测其比表面积为 4.96 m^2/g，计算其比表面积粒径平均值为 304 nm，两个结果相差不大，表明掺杂 MgO 添加剂可使前驱体粉体在更低的煅烧温度下获得粒径更小的 α-Al_2O_3 粉体。

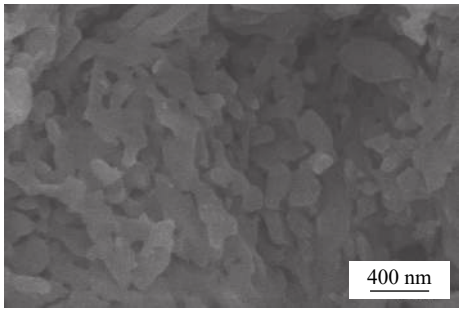


图 7 掺杂 MgO 的 γ-AlOOH 在 1075 ℃ 煅烧后得到的 α-Al_2O_3 的 SEM 图

Fig. 7 SEM images of α-Al_2O_3 from calcined γ-AlOOH at 1075 ℃ with MgO addition

3 结 论

(1)在未掺杂添加剂的情况下，γ-Al_2O_3、γ-AlOOH 完全转变为 α-Al_2O_3 均经历了 γ-Al_2O_3→θ-Al_2O_3→α-Al_2O_3 的相转变过程，完全转变为 α-Al_2O_3 的温度分别为 1200 ℃ 和 1100 ℃。前驱体粉体完全转变为 α 相的温度受到其煅烧过程中生成的 γ-Al_2O_3 粒径分布的影响。γ-AlOOH 煅烧后获得的 γ-Al_2O_3 粒径分布窄，因而相转温度较低；γ-Al_2O_3 原料煅烧后的平均粒

径虽然与 γ-AlOOH 煅烧所获得的 γ-Al_2O_3 的平均粒径相近, 但受粒径分布不均匀影响, 少量大颗粒延缓了 γ-Al_2O_3 完全转变为 α-Al_2O_3 的进程。

(2)MgO 对氧化铝的相转过程有促进作用, 该促进作用受 MgO 掺杂量的影响, 在一定掺杂量下促进作用最明显, 掺杂量过高或过低, 对相转的促进作用均减弱。此外粉体粒径的大小也会影响 MgO 的促进作用, 粒径越小, MgO 在粉体中分散得越均匀, 其对相转的促进作用越明显。

参考文献:

[1] AHMAD R, HA J H, SONG I H. Synthesis of open-cell particle-stabilized Al_2O_3 foam using $Al(OH)_3$ particles[J]. Scripta Materialia, 2014, 76: 85-88.

[2] ARAMI H, MAZLOUMI M, KHALIFEHZADEH R, *et al*. Electron beam-induced "nanocalcination" of boehmite nanostrips to mesoporous α-alumina phase[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2007, 90(10): 3311-3313.

[3] WU Y, XU P, LI L. Synthesis of alumina with coarse particle by precipitating aluminum ammonium sulfate solution with ammonia[J]. Advanced Powder Technology, 2016, 27(1): 124-129.

[4] 李继光, 孙旭东, 张民. 碳酸铝铵热分解制备α-$A1_2O_3$超微粉[J]. 无机材料学报, 1998, 13(6): 803-807.

[5] SUN X D, Li J G, ZHANG F, *et al*. Synthesis of nanocrystalline α-Al_2O_3 powders from nanometric ammonium aluminum carbonate hydroxide[J]. Journal of the America Ceramic Society, 2003, 86(8): 1321-1325.

[6] KOSTIĆ E, KISS S, BOŠKOVIĆ S, *et al*. Mechanical activation of the gamma to alpha transition in Al_2O_3[J]. Powder Technology, 1997, 91(1): 49-54.

[7] BODAGHI M, MIRHABIBI A R, ZOLFONOON H, *et al*. Preparation and characterization of α-Al_2O_3 powder from γ-Al_2O_3 powder using mechanical milling technique[J]. Materials Research Innovations, 2008, 12(4): 157-161.

[8] SHELLEMAN R A, MESSING G L, KUMAGAI M. Alpha alumina transformation in seeded boehmite gels[J]. Journal of Non-Crystalline Solids, 1986, 82(1/3): 277-285.

[9] BAGWELL R B, MESSING G L. Effect of seeding and water vapor on the nucleation and growth of α-Al_2O_3 from γ-Al_2O_3[J]. Journal of the American Ceramic Society, 1999, 82(4): 825-832.

[10] 陈玮, 尹周澜, 陈启元. AlF_3对$\gamma\rightarrow\alpha$-Al_2O_3相变及α-Al_2O_3显微结构的影响[J]. 中国有色金属学报, 2008, 18(z1): 259-263.

[11] YONG C C, WANG J. Mechanical-activation-triggered gibbsite-to-boehmite transition and activation-derived alumina powders[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2001, 84(6): 1225-1230.

[12] TONEJC A, TONEJC A M, BAGOVIĆ D, *et al*. Comparison of the transformation sequence from γ-AlOOH (boehmite) to α-Al_2O_3(corundum) induced by heating and by ball milling[J]. Materials Science and Engineering: A, 1994, 181-182: 1227-1231.

[13] WEN H L, CHEN Y Y, YEN F S, *et al*. Size characterization of θ- and α-$A1_2O_3$ crystallites during phase transformation[J]. Nanostruct Master, 1999, 11: 89-101.

[14] KAO H C, WEI W C. Kinetics and microstructural evolution of heterogeneous transformation of θ-alumina to α-alumina[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2000, 83(2): 362-368.

[15] DYNYS F W, HALLORAN J W. Alpha alumina formation in alum-derived gamma alumina[J]. Journal of the America Ceramic Society, 1982, 65(9): 442-448.

[16] 王欣, 王佩玲, 程一兵. TiO_2和MgO微量添加剂对Al_2O_3陶瓷烧结致密化的影响[J]. 无机材料学报, 2001, 16(5): 979-984.

[17] 宋振亚. Al_2O_3超微粉体的制备、改性及其α相变控制的研究[D]. 合肥: 合肥工业大学, 2004.

[18] 宋振亚, 吴玉程, 杨晔, 等. α-Al_2O_3微粉的制备及其TiO_2掺杂改性[J]. 硅酸盐学报, 2004, 32(8): 920-924.

[19] CLARKE D R. Grain-boundary segregation in an MgO-doped Al_2O_3[J]. Journal of the American Ceramic Society, 1980, 63(5/6): 339-341.

[20] WANG H J, LI W, CARL T, *et al*. Effect of Mg doping on microwave dielectric properties of translucent polycrystalline alumina ceramic[J]. Ceramics International, 2013, 39(2): 1583-1586.

Phase Transition Process of Different Al_2O_3 Precursors

SUN Xiaoman[1], LI Wei[1], LIU Huijiao[1], WANG Lin[2], YANG Conglin[3]

（1. School of Materials Science and Engineering, East China University of Science and Technology, Shanghai 200237, China; 2. Nantong Tenaibo High-tech Materials Co. Ltd, Nantong 226600, Jiangsu, China; 3. CHALCO Shandong Branch, Zibo 255052, Shandong, China）

Abstract: α-Al_2O_3 is widely used in the fields of machinery, chemical industry, electronics and other fields due to its excellent properties such as high hardness, ultra-high wear resistance, and chemical resistance. At present, most of the methods for preparing α-Al_2O_3 powders use different precursors calcinated at a certain temperature. In this study, α-Al_2O_3 was synthesized by using γ-AlOOH and γ-Al_2O_3 as precursor materials and using MgO as a doped additive. The phase transition process was characterized by SEM, XRD and particle size distribution. The results show that both γ-Al_2O_3 and γ-AlOOH undergo α phase transition process of γ-Al_2O_3→ θ-Al_2O_3→α-Al_2O_3 during calcinations and pure α-Al_2O_3 phases could be obtained at 1 200 °C and 1 100 °C, respectively. The temperature for pure α-Al_2O_3 phase is affected by the particle size distribution of γ-Al_2O_3 formed during its calcination, and MgO doping additive can promote the α-Al_2O_3 phase transition process. The promotion effect is most obvious when the doping amount is appropriate and it would be weakened when the doping amount is too high or too low. When the MgO doping amount (mass fraction) is 0.5%, the temperature at which γ-Al_2O_3 completes the α phase transformation is 1 050 °C, which is 150 °C lower than that without MgO. When γ-AlOOH is doped with 0.3% and 0.5% MgO, the temperature for complete transition to α-Al_2O_3 is 1 075 °C, which is 25 °C lower than that without MgO. The promotion effect of MgO on the phase transition of different precursors is affected by the size of the primary particles of the powder.

Key words: boehmite (γ-AlOOH); γ-Al_2O_3; MgO; phase transition