

# 均匀沉淀法制备超细 $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 陶瓷粉体的形貌控制研究<sup>①</sup>

肖劲,周峰,秦琪,陈燕彬

(中南大学冶金科学与工程学院,湖南长沙410083)

**摘要:**以  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  为原料,通过均匀沉淀法制备前驱物  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ,并煅烧得到超细  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  陶瓷粉体。采用激光粒度分析仪、SEM、XRD、DSC 等对产物进行了检测。研究表明,溶液中阴离子种类、 $\text{Al}^{3+}$  的初始摩尔浓度、反应温度、反应时间等对所合成产物的颗粒形貌影响显著。通过优化反应条件,实现了对产物形貌的有效控制,获得了分散性好、粒径为  $2\ \mu\text{m}$  左右且粒度分布均匀的球形超细  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  陶瓷粉体。

**关键词:**超细  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉体;均匀沉淀法;形貌

中图分类号:TF123

文献标识码:A

文章编号:0253-6099(2008)05-0054-05

## Morphology Control of Ultrafine $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ Powder Prepared by Homogenous Precipitation

XIAO Jin, ZHOU Feng, QIN Qi, CHEN Yan-bin

(School of Metallurgical Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, Hunan, China)

**Abstract:** Using  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  and  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  as raw material, ultrafine  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  power was obtained by calcining the precursor  $\text{Al}(\text{OH})_3$  prepared by homogeneous precipitation method. The products were detected by laser particle size analyzer, SEM, XRD and DEC etc. The results indicated that the categories of anions, initial molar concentration of  $\text{Al}^{3+}$ , reaction temperature and reaction time had significant effect on the particle morphology of the product. Effective control of the product morphology was realized and the spherical ultrafine  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  powder with well-dispersed, particle size about  $2\ \mu\text{m}$  and homogenous particle size distribution was obtained by optimizing the reaction conditions.

**Key words:** ultrafine  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  powder; homogenous precipitation; morphology

超细  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  具有高表面活性、高光吸收性能、耐磨、耐高温、耐腐蚀等优越性能,是一种极为重要的结构及功能陶瓷材料,被广泛应用于航天航空、冶金、化工、电子、国防及核技术等高科技领域。然而,目前工业氧化铝陶瓷粉体普遍存在的粉体显微形貌不规则、粒径分散性大、易团聚等问题,严重制约着氧化铝陶瓷材料在高科技领域的工业化生产。针对这一问题,许多专家已经做了大量研究,到目前为止,超细  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  陶瓷粉体的制备方法众多<sup>[1-10]</sup>,大致可以分为固相法、气相法、液相法3大类。其中液相法以原料来源广泛,设备简单,制备工艺影响因素可控等优点被广泛研究。而液相法中的均匀沉淀法由于其制备出的产物具有平均粒径好,粒度分布窄,操作简单可控等优点,备受研究者的重视,已有很多国内外研究者在应用该法制备超细  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  陶瓷粉体方面进行过研究<sup>[11-15]</sup>,但

主要是探讨超细粉的粒度问题,对于粉末形貌的专题性研究则很少,工业氧化铝陶瓷粉体普遍存在的粉体显微形貌不规则的问题仍然未得到解决。

因此,本文在前人基础上,主要研究了均匀沉淀法制备超细  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  陶瓷粉体过程中影响产物形貌的因素及其作用机理,并确定了制备球形超细  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  陶瓷粉体的最佳条件,以获得具有纯度高、超细、粒度分布窄、形貌规则等特点的  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  陶瓷粉末。

## 1 实验

### 1.1 制备方法

将分析纯的  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{AlCl}_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  配制成所需浓度的溶液备用。

① 收稿日期:2008-06-20

基金项目:湖南省自然科学基金资助项目(5JJ30103)

作者简介:肖劲(1967-),男,湖南长沙人,博士后,教授,主要研究方向为有色金属冶金,超细材料、功能电极材料。

通讯作者:周峰(1982-),男,江苏常州人,硕士研究生,主要研究方向为超细材料,多孔陶瓷材料。

量取配制好的铝盐溶液倒入反应器,按比例往反应器内加入一定量的尿素,及适量的聚乙二醇作为分散剂,将反应器置于超级恒温水浴槽中加热,控制反应温度为  $85 \sim 100\text{ }^\circ\text{C}$ ,搅拌速率为  $400\text{ r/min}$  左右,反应一定时间后,将生成物过滤,采用去离子水和乙醇进行多次洗涤,并于  $80\text{ }^\circ\text{C}$  真空干燥  $12\text{ h}$ ,在  $1\ 200\text{ }^\circ\text{C}$  煅烧  $2\text{ h}$  后,便得到超细  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  陶瓷粉体。

## 1.2 产物表征

采用日本理学 D/max - rA 型转靶全自动 X 衍射仪(Cu 靶,入射波长  $0.1541\text{ nm}$ )对前驱物以及煅烧产物做 XRD 分析;采用日本 JEOL 厂 JSM - 5600LV 扫描电镜观测前驱物和煅烧产物形貌以及分散情况;采用 SDT Q600 型热分析仪在空气气氛下对前驱物进行热重/差示扫描法(DSC)分析;采用 ST - 03 型表面孔径测定仪测量前驱物的比表面积;采用 BT - 2001 激光粒度分析仪测量前驱物粒径。

## 2 结果和讨论

### 2.1 阴离子种类对前驱物形貌的影响

采用不同铝盐  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{AlCl}_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  与  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  进行反应,得到前驱物  $\text{Al}(\text{OH})_3$ 。表 1 分别列举了  $\text{AlCl}_3$ - $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ 、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ - $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ 、 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ - $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  体系(以上体系分别以 CU、NU、SU 表示)中的铝盐种类、反应温度、反应时间、铝离子浓度和反应产生沉淀或胶体时的 pH 值等参数及前驱物状态,图 1(a)、(b)、(c)分别是 CU、NU、SU 体系反应得到的前驱物形貌,图 1(d)、(e)、(f)分别是 CU、NU、SU 体系的前驱物于  $1\ 200\text{ }^\circ\text{C}$  煅烧  $2\text{ h}$  后获得的  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  陶瓷粉体的 SEM 图片。

表 1 不同铝盐的反应参数及前驱物状态

| 反应体系 | 铝盐                           | 反应温度/ $^\circ\text{C}$ | 反应时间/min | 铝离子浓度/ $(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$ | $c(\text{CO}(\text{NH}_2)_2)/c(\text{Al}^{3+})$ | pH  | 前驱物状态 |
|------|------------------------------|------------------------|----------|---|---|-----|-------|
| CU   | $\text{AlCl}_3$              | 90                     | 60       | 0.1                                       | 5   | 6.5 | 胶体    |
| NU   | $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$   | 90                     | 60       | 0.1                                       | 5   | 6.5 | 胶体    |
| SU   | $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ | 90                     | 60       | 0.1                                       | 5   | 4.2 | 沉淀    |

实验重点研究了 3 种铝盐与尿素反应产生沉淀或胶体时的 pH 值。研究发现:CU、NU 体系在 pH 值为 6.5 时产生了过滤性能非常差的胶体,而 SU 体系在 pH 值为 4.2 时产生了过滤性能良好的沉淀,进一步研究发现 3 种体系反应产生沉淀或胶体时的 pH 值不依赖于反应物的起始浓度而主要由体系铝盐种类决定。

从图 1(a)和(b)可以看到:CU、NU 体系反应得到的前驱物为纤维状颗粒,形成絮状的大块团聚体;而

SU 体系反应得到的前驱物(图 1(c))呈球形,不同粒径的球形颗粒形成局部的团聚体。

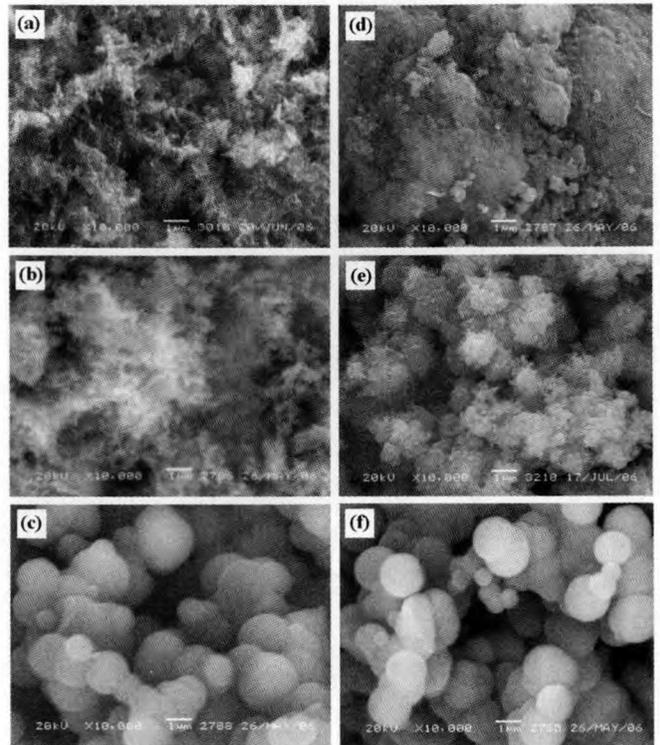


图 1 不同铝盐得到的前驱物及  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  陶瓷粉的 SEM 图片  
(a) CU 体系前驱物; (b) NU 体系前驱物; (c) SU 体系前驱物;  
(d) CU 体系  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; (e) NU 体系  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; (f) SU 体系  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$

根据结晶化学配位理论,3 种阴离子  $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$  和  $\text{Al}^{3+}$  的配位能力逐渐减弱。当存在  $\text{NO}_3^-$  或者  $\text{Cl}^-$  时,它们与  $\text{Al}^{3+}$  通过氧桥作用形成  $\text{Al}-\text{O}-\text{Al}$  和  $\text{Al}-\text{O}-\text{Al}$  阳离子聚合物,且  $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$  的配位键作用力较弱,对这种多核聚合物所产生的电中和作用非常小,因此沉淀需要在较高的 pH 值下产生,而且  $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$  较弱的离子间作用力无法阻止  $\text{Al}^{3+}$  和  $\text{OH}^-$  的快速成核,溶液中  $\text{Al}^{3+}$  被消耗于成核之中,核生长无法进行,具有巨大比表面能的核相互连接起来形成三维骨架结构,当溶液到达一定的超临界过饱和度或者达到一定的 pH 值时,絮状胶体产物便在三维骨架上迅速产生了;而当有  $\text{SO}_4^{2-}$  存在的时候,其对  $\text{Al}^{3+}$  的多核聚合物所产生的电中和作用相对较大,所以在较低的 pH 值下便产生沉淀,且颗粒缓慢生长,呈现球形,颗粒生长模式符合负离子配位多面体生长基元理论,这与 Y Sarikaya<sup>[16]</sup>研究的结论是一致的。

从图 1(d)、(e)、(f) 可以看出:煅烧产物的形貌一定程度上继承了其前驱物形貌的特征。CU 体系的煅烧产物(图 1(d))形成大块团聚体,粉体颗粒粘连严重,难以分散;NU 体系的煅烧产物(图 1(e))虽仍

保留前驱物颗粒的纤维形态,但是纤维状颗粒团聚严重,各小团聚体粘结紧密,形成大的团聚体;SU体系得到的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 陶瓷粉体(图1(f))颗粒呈规则的球形,分散性能相对CU、NU体系的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 陶瓷粉体得到很大改善,因此选择 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 与 $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ 体系作为制备超细 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 陶瓷粉体的最佳体系。

## 2.2 $\text{Al}^{3+}$ 的初始摩尔浓度对前驱物形貌的影响

采用 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 与 $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ 反应制备前驱物, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ 与 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 反应理论摩尔比为3:1,因为尿素不可能完全水解,所以在实验中必须使用过量的 $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ 。通过实验发现, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ 与 $\text{Al}^{3+}$ 初始浓度比对前驱物的物理、化学性能影响不大,而主要影响前驱物沉淀产生的时间,因此本实验控制 $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ 与 $\text{Al}^{3+}$ 初始浓度比为5:1,此条件下反应产生沉淀时间约为60 min。表2分别列举了不同 $\text{Al}^{3+}$ 初始浓度、尿素浓度及沉淀产生时的pH值。控制反应温度为90℃,反应时间60 min,反应得到的4组前驱物,编号分别为A、B、C、D,其粒度和比表面积测试结果如图2(a)、(b)所示,其SEM如图3所示。

表2 不同的 $\text{Al}^{3+}$ 浓度、尿素浓度和反应pH值关系

| 编号 | $c(\text{Al}^{3+})/(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$ | $c(\text{CO}(\text{NH}_2)_2)/(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$ | pH值  |
|----|--|--|------|
| A  | 0.10   | 0.50   | 4.31 |
| B  | 0.20   | 1.00   | 4.26 |
| C  | 0.30   | 1.50   | 4.21 |
| D  | 0.40   | 2.00   | 4.17 |

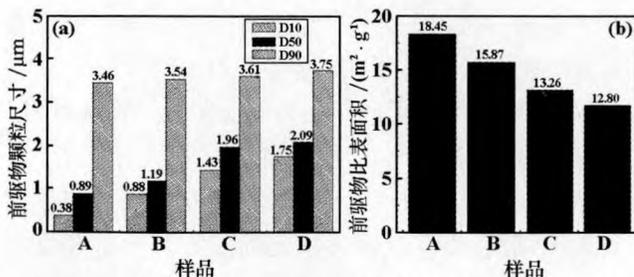


图2 不同 $\text{Al}^{3+}$ 初始浓度对前驱物粒度及比表面积的影响

(a)前驱物颗粒尺寸;(b)前驱物比表面积

从图2可以看出,随着 $\text{Al}^{3+}$ 初始浓度的增加,前驱物的粒度不断趋于增大,比表面积趋于减小。主要是由于随着 $\text{Al}^{3+}$ 初始浓度的提高,成核诱导期会缩短,因而晶核的生长期相对延长,晶粒间相互碰撞聚结甚至发生较严重的“溶合”反应现象,致使颗粒粒度增大、分散性能恶化。

从图3可以直观地看出,随着 $\text{Al}^{3+}$ 初始摩尔浓度

的增加,前驱物的颗粒增大,团聚现象越来越严重,颗粒由球形逐渐转变为板状块体。当 $\text{Al}^{3+}$ 初始浓度达到0.4 mol/L时,前驱物颗粒都粘接到一起,团聚现象非常严重。因此为了得到粒度较小、分散性能优异的前驱物,实验一般采用 $\text{Al}^{3+}$ 初始浓度为0.1 mol/L。

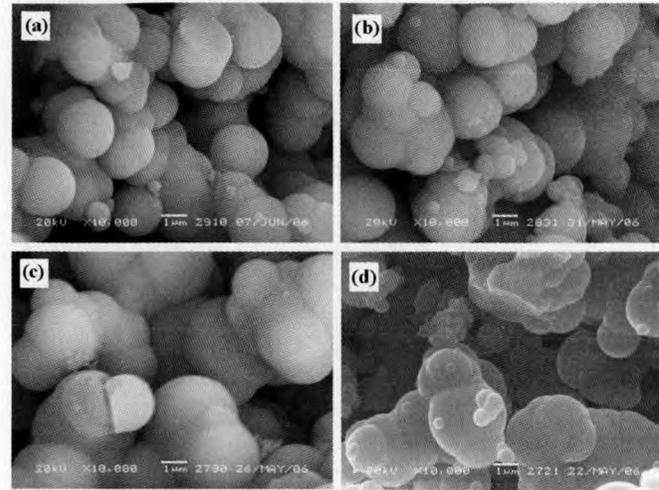


图3 样品A、B、C、D的前驱物SEM图

$\text{Al}^{3+}$ 初始浓度/( $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ):(a) 0.1;(b) 0.2;(c) 0.3;(d) 0.4

## 2.3 反应温度对前驱物形貌的影响

尿素水解对温度最为敏感,水解速率受温度的控制,70℃以上尿素水解才可能发生<sup>[17]</sup>。而当反应温度低于80℃时48 h不见反应,温度高于85℃时水解速率加快,沉淀反应速率随之加快,但温度提高易导致前驱物颗粒长大,同时温度高于100℃时,溶液体系沸腾,必须采用回流装置并且尿素开始发生副反应生成缩二脲、缩三脲和聚氰酸等,溶液中 $\text{NH}_3$ 的有效浓度反而下降<sup>[18]</sup>。因此采用尿素作为沉淀剂的均匀沉淀反应体系一般选取反应温度为85~100℃。

图4是在 $c(\text{CO}(\text{NH}_2)_2)/c(\text{Al}^{3+})$ 为5:1、 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 初始摩尔浓度为0.05 mol/L的条件下,不同反应温度制备出前驱物的SEM图谱。从图4中可看出,在90℃时,前驱物颗粒呈规则的球形,分散性较好,在100℃时,所得前驱物颗粒团聚严重、球形颗粒团聚在一起,形状变得不规则。这种现象的产生一方面是由于高温条件造成尿素迅速水解,使溶液中 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 处于高过饱和状态,加速成核,溶液在短时期内产生大量极细小的胶粒,这些小的胶粒具有极高的比表面积,因而加剧了团聚现象的产生;另一方面,高温下扩散活化能的增加也使布朗运动加剧,造成颗粒的聚沉。综上所述,温度升高只对增加反应速率有利,而对氧化铝微粉的颗粒度及形貌都带来不利影响。因此选择90℃为该实验的反应温度。

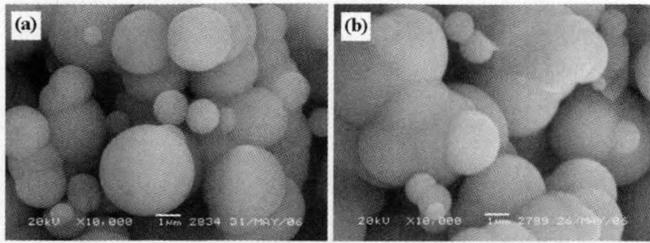


图4 不同反应温度下制备出前驱物的 SEM 图谱  
(a) 90 °C; (b) 100 °C

### 2.4 反应时间对前驱物形貌的影响

其他条件不变,不同反应时间制备出的前驱物的粒度、比表面积与反应时间的关系及 SEM 图分别如图5、图6所示。

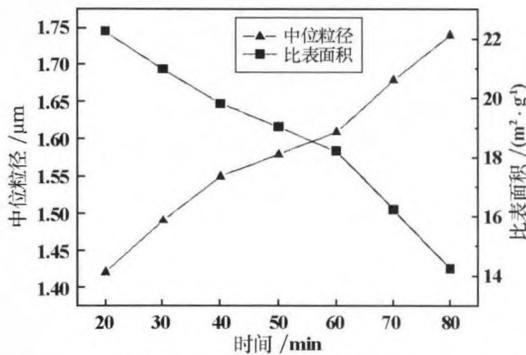


图5 反应时间与中位粒径以及比表面积的关系

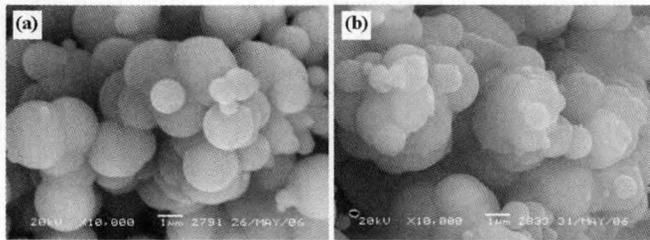


图6 不同反应时间下制备出前驱物的 SEM 图片  
(a) 60 min; (b) 90 min

从图5可以看出,在反应时间 20 min 时,前驱物的中位粒径是 1.42  $\mu\text{m}$ ,比表面积是 22.26  $\text{m}^2/\text{g}$ ;反应时间 60 min 时,前驱物的中位粒径是 1.61  $\mu\text{m}$ ,比表面积是 18.22  $\text{m}^2/\text{g}$ ;当反应时间增加至 80 min 时,前驱物的中位粒径是 1.74  $\mu\text{m}$ ,比表面积是 14.25  $\text{m}^2/\text{g}$ 。随着反应时间的延长,前驱物的中位粒径(CMD)不断增加,比表面积减小。随着反应时间的延长,虽然前驱物的产率越来越高,但在此过程中新生成的晶核相互碰撞,小颗粒重新溶解,或者吸附在大颗粒上,大颗粒继续长大,从而引起前驱物粉末粒径增大、分布宽化,团聚行为加重。

从图6可以看出,随着反应时间的延长,前驱物的

分散性能恶化,且前驱物颗粒粗化严重。因此,必须在保持产率的基础上适当缩短反应时间。为此,选择最佳的反应时间为 60 min。

### 2.5 优化产物物质认证

在试验基础上,得出如下优化试验条件:控制  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  初始浓度为 0.05 mol/L、 $c(\text{CO}(\text{NH}_2)_2)/c(\text{Al}^{3+})$  为 5:1。在搅拌条件下,将溶液于 90 °C 反应 60 min 得到前驱物,再经洗涤、干燥后,于 1 200 °C 煅烧 2 h,得到  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  陶瓷粉末,其前驱物 DSC/TGA 曲线如图7所示,煅烧产物的 XRD 图谱及 SEM 图分别如图8、图9所示。

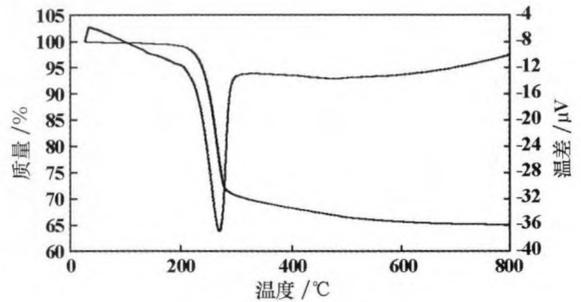


图7 优化工艺前驱物的 DSC/TGA 曲线

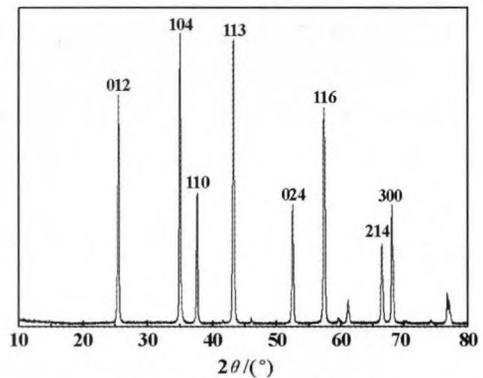


图8 煅烧产物的 XRD 图谱



图9 煅烧产物  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  的 SEM 图

从图7可以看出,当温度低于 600 °C 时,随着煅烧温度的提高,前驱物的失重是一个连续的过程,TGA 曲线表现为连续下降。当温度高于 600 °C 后,TGA 曲线几乎为一水平曲线,表明前驱物的分解失重过程已

经结束。此时前驱物的总失重为 34% 左右,这与  $\text{Al}(\text{OH})_3$  分解生成  $\text{Al}_2\text{O}_3$  的理论失重率(34.6%)相吻合。因此,可以认为该前驱物为纯度较高的  $\text{Al}(\text{OH})_3$ 。

从图 8 可以看出,该煅烧产物与 PDF 标准卡 11-0661 一致,表明该产物为纯相的  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ,且其峰线尖锐,无其他杂相峰,说明其结晶性能完善,纯度高。

从图 9 看出,煅烧产物  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  陶瓷粉末呈规则的球形、粒径大小为  $2\ \mu\text{m}$  左右、粒度分布均匀且分散性能良好。

### 3 结 论

1) 采用  $\text{AlCl}_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  与  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  反应制备的前驱物为纤维状颗粒,而  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  与  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  反应得到的前驱物为规则的球形,其各自煅烧产物的形貌一定程度上继承了前驱物形貌的特征。

2) 随着  $\text{Al}^{3+}$  初始摩尔浓度的增加,前驱物的粒度不断趋于增大,比表面积趋于减小,团聚现象越来越严重,颗粒由球形逐渐转变为板状块体。

3) 随着反应温度的升高,前驱物的分散性能变差,粒子形状变得不规则。

4) 当反应时间超过一定时间会造成前驱物粉末粒径增大、分布宽化,团聚行为加重。

5) 实验得到优化条件为:  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  初始浓度为  $0.05\ \text{mol/L}$ 、 $c(\text{CO}(\text{NH}_2)_2)/c(\text{Al}^{3+})$  为 5:1,在搅拌条件下,将溶液于  $90\ ^\circ\text{C}$  反应 60 min 得到前驱物,再经洗涤、干燥后,于  $1200\ ^\circ\text{C}$  煅烧 2h 后,能得到分散性能良好、粒径为  $2\ \mu\text{m}$  左右且粒度分布均匀的球形超细  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  陶瓷粉体。

#### 参考文献:

[1] Schmidt F. New catalyst preparation technologies-observed from an industrial viewpoint [J]. Appl Catalysis, 2001, 221: 15  
 [2] 顾峰,沈悦,徐超,等.分散剂聚合度对超细氧化铝粉体特性的影响[J].功能材料,2005,36(2):318-320.  
 [3] 龚初,文梅,章洁,等.高温高表面氧化铝新材料的制备

化学研究-La, Ba 共添加对氧化铝热稳定性的影响[J].无机化学学报,2001,17(1):50.

- [4] Mishra, Pratima. Low-temperature synthesis of  $\alpha$ -alumina from aluminium salt and urea[J]. Materials Letters, 2002, 55(6): 425 - 429.  
 [5] 谢冰,章少华.纳米氧化铝的制备及应用[J].江西化工,2004(1):21-25.  
 [6] 吴义权,张玉峰,黄校光.低温制备纳米  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  粉体[J].无机材料学报,2001,16(2):349-351.  
 [7] 唐海红,焦淑红,杨红菊,等.纳米氧化铝的制备及应用[J].中国粉体技术,2002,8(6):37-39.  
 [8] 张永刚,闫裴.纳米氧化铝的制备及应用[J].无机盐工业,2001,33(3):19-22.  
 [9] 吴志鸿.纳米氧化铝的制备及其在催化领域的应用[J].工业催化,2004,12(2):35-39.  
 [10] 李慧韞,张天胜,杨南.纳米氧化铝的制备方法及应用[J].天津轻工业学院学报,2003,18(4):34-37.  
 [11] 张桂芳,沈强,张联盟.单分散氧化铝陶瓷粉体的制备及表征[J].航空材料学报,2006,26(4):96-99.  
 [12] 霍彩霞,何丽君.以尿素为沉淀剂制备超细  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  粉体[J].甘肃联合大学学报(自然科学版),2004,18(4):45-47.  
 [13] Macedo M I F, Osawa C C, Bertran C A. Sol-gel synthesis of transparent alumina gel and pure gamma alumina by urea hydrolysis of aluminium nitrate[J]. Journal of Sol-Gel Science and Technology, 2004,30(3):135-140.  
 [14] Ramanathan S, Roy S K, Bhat R, et al. Preparation and characterization of boehmite precursor and sinterable alumina powder from aqueous aluminium chloride-urea reaction[J]. Journal of Alloys and Compounds, 1996,243:39-44.  
 [15] Ramanathan S, Roy S K, Bhat R, et al. Alumina powders from aluminium nitrate-urea and aluminium sulphate-urea reactions-the role of the precursor anion and process conditions on characteristics[J]. Ceramics International, 1997,23:45-43.  
 [16] Kezban Ada, Yuksel Sarikaya, Tulay Alemdaroglu, et al. Thermal behaviour of alumina precursor obtained by the aluminium sulphate-urea reaction in boiling aqueous solution[J]. Ceramic International, 2003, 29(5): 513 - 518.  
 [17] Ibrahim D M, Abdel-Mohsen F F, Abou-Ayana, Y M. Urea formaldehyde as precursor for preparation of alumina by sol-gel polymeric route[J]. British Ceramic Transactions, 1996, 95(4): 146 - 150.  
 [18] 徐跃平,郭景坤.共沉淀反应物浓度、反应过程值对纳米粉末性能的影响[J].硅酸盐学报,1993, 21(3): 280 - 284.