

煅烧工艺对熔盐法合成钛钾镁片晶的影响

刘浩 赵贝贝 商少明* 顾丹

(江南大学化学与材料工程学院 江苏 无锡 214122)

摘要 钛酸镁钾具有优异的力学性能,被广泛用作各类高级轿车刹车片的摩擦材料。而材料的组成及形貌对刹车效果的影响很大,传统的合成工艺无法对其进行有效地控制。本文通过对煅烧工艺的优化,从而得到结晶度和形貌俱佳的钛酸镁钾片晶。以 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 、 K_2CO_3 和 TiO_2 为原料,加入KCl为熔盐,采用熔盐法合成钛酸钾镁片晶(KMTO)。利用X射线衍射仪(XRD)和扫描电子显微镜(SEM)技术手段研究了煅烧工艺(升温速率、煅烧温度、保温时间)对钛酸钾镁片晶组成及形貌的影响,并对其反应机理进行了初步的探讨。结果表明,不同的煅烧工艺对熔盐法合成钛酸镁钾片晶的组成及形貌产生了显著的影响,以 $200\text{ }^\circ\text{C/h}$ 升温至 $800\text{ }^\circ\text{C}$ 后,再以 $100\text{ }^\circ\text{C/h}$ 升温至 $1000\text{ }^\circ\text{C}$,保温 2 h ,通过水洗干燥,即可得到结晶度较高、形貌比较均匀的 $\text{K}_{0.8}\text{Mg}_{0.4}\text{Ti}_{1.6}\text{O}_4$ 片晶。

关键词 熔盐法;煅烧工艺;钛酸钾镁;片晶

中图分类号:O611.4

文献标识码:A

文章编号:1000-0518(2017)10-1195-07

DOI:10.11944/j.issn.1000-0518.2017.10.160504

钛酸镁钾片晶(KMTO)是一种耐摩擦、环境友好的摩擦控制剂,其中以 $\text{K}_{0.8}\text{Mg}_{0.4}\text{Ti}_{1.6}\text{O}_4$ 片晶最为典型^[1]。由于其特殊的纤维矿铁结构^[2],片晶在摩擦过程中会形成平整的摩擦面,从而提高摩擦材料的耐磨损性能^[3]。而其在高温段表现出稳定的耐磨损性能,不仅可以进一步提高汽车的刹车性能,还可以降低刹车噪音、提高刹车片的使用寿命,逐渐成为新一代环保型摩擦材料^[4-6]。但是由于钛酸镁钾片晶的组成和形貌受实验合成条件影响较大,常常出现成分复杂、形貌多样的情况,严重阻碍了它在市场上进一步的应用。因而如何合成高纯度、形貌均匀的钛酸镁钾片晶成为人们亟需解决的问题^[7]。

已有文献报道利用改变原料或改变降温工艺来控制钛酸镁钾片晶组成及形貌。如陆小华等^[1]用光卤石替代传统镁源和熔盐,利用烧结法合成 $\text{K}_{0.6-0.8}\text{Mg}_{0.4}\text{Ti}_{1.6}\text{O}_{3.8-4}$ 和 $\text{K}_{1.54-2}\text{Mg}_{0.77-1}\text{Ti}_{7-7.23}\text{O}_{16}$ 片晶,片晶平均长度为 $0.1\sim 50\text{ }\mu\text{m}$,平均厚度为 $0.05\sim 5\text{ }\mu\text{m}$ 。再如申偲伯等^[8]利用氧化镁为镁源,高温煅烧一步合成 $\text{K}_2\text{MgTi}_4\text{O}_{10}$ 片晶,片晶平均长、宽为 $4\text{ }\mu\text{m}$,平均厚度为 $0.6\text{ }\mu\text{m}$ 。於玉华等^[9]在煅烧完毕后采用骤冷降温方式,降低晶体生长,获得粒度细小的钛酸镁钾颗粒。这些工艺虽然可以获得钛酸镁钾片晶,但是烧结法需要很高的煅烧温度,增加了企业的耗能;而改变原料也增大了企业生产成本,骤冷降温提高了容器崩裂的风险,不利于企业安全化生产。

本文通过熔盐法合成了高质量的钛酸镁钾片晶^[10-11],并详细探讨了升温速率、煅烧温度和保温时间对钛酸镁钾片晶组成及形貌的影响。利用X射线衍射仪(XRD)对钛酸镁钾片晶的组成进行分析,还利用扫描电子显微镜(SEM)对钛酸镁钾片晶的微观结构进行了研究,从而得出最佳的煅烧工艺。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

D8 Advance 型 X 射线衍射仪(德国 Bruker AXS 公司);S-4800 型场发射扫描电子显微镜(日本日立

2016-12-12 收稿,2017-01-17 修回,2017-02-23 接受

贵州省科学技术重大项目资助(20122016)

通讯联系人:商少明,副教授; Tel:0510-85917090; Fax:0510-85917763; E-mail:smshang@jiangnan.edu.cn; 研究方向:功能无机粉体材料

公司);TGA/DSC 1/1100 SF 型热重分析仪(上海梅特勒-托利多国际贸易有限公司);FA1004 型电子天平(上海天平仪器厂);SX-5-12 型箱式电阻炉(通州市申通电器厂);SQ2008 型多功能食品加工机(上海帅佳电子科技有限公司)。无水碳酸钾($\geq 99\%$);氢氧化镁($\geq 98\%$);氯化钾($\geq 99.5\%$)均为市售分析纯试剂,购自国药集团化学试剂有限公司,二氧化钛($\geq 98\%$)为市售化学纯试剂,购自国药集团化学试剂有限公司;去离子水。

1.2 钛酸钾镁片晶的制备

以 K_2CO_3 、 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 和 TiO_2 为原料,按照 $n(\text{Ti}):n(\text{K}):n(\text{Mg}) = 4:2:1$ 进行称量,并加入质量分数 30% KCl 作为熔盐。将混合物置于多功能食品加工机中连续搅拌 4 次,每次 30 s;接着将混合均匀的原料填入 $\Phi 20\text{ mm}$ 的模具,以质量分数 20% 硬脂酸酒精溶液作为模壁润滑剂,以 10 MPa 的单位压制力制成圆片状压块。然后将压块装入氧化铝坩埚,置于箱式电阻炉中等待煅烧。按照不同的煅烧工艺对原料进行烧结,随后随炉冷却至室温。将产物粉碎后倒入沸水中,形成料液比为质量分数 5% 混合物,机械搅拌器连续搅拌 30 min。随后用布氏漏斗抽滤,用沸水反复洗涤 3 次;并将滤饼置于 $120\text{ }^\circ\text{C}$ 鼓风干燥箱中干燥 2 h,最终获得白色粉末状产物。

2 结果与讨论

2.1 片晶的 TG-DTG 分析

图 1 为熔盐法合成钛酸钛酸镁钾片晶的热重分析(TG-DTG)曲线。在恒定的实验条件下即:升温速率 $5\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, N_2 流速 $20\text{ mL}/\text{min}$,从起始温度 $50\text{ }^\circ\text{C}$ 升温至反应所需温度 $1000\text{ }^\circ\text{C}$ 。在 $70\sim 120\text{ }^\circ\text{C}$ 出现第 1 个失重转折点是由于原料中含有的水分发生失重现象; $310\sim 390\text{ }^\circ\text{C}$ 出现第 2 个失重转折点原因是部分 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 发生分解; $550\sim 750\text{ }^\circ\text{C}$ 出现第 3 个失重转折点是由剩余的 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 进一步完全分解成 MgO 造成; $750\sim 970\text{ }^\circ\text{C}$ 出现第 4 个失重转折点是因为原料中 K_2CO_3 发生分解;从 DTG 曲线上也可看出在 $750\sim 970\text{ }^\circ\text{C}$ 时曲线斜率和宽度较大,说明此阶段材料损失很快且需要的温度范围很宽,从而证明用缓慢的升温速率升温至 $1000\text{ }^\circ\text{C}$ 对反应更为有利。

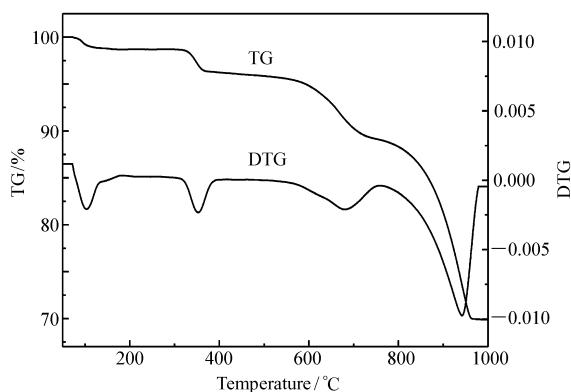


图 1 熔盐法合成 KMTO 片晶的 TG-DTG 曲线

Fig.1 TG-DTG curves of platy KMTO by molten salt method

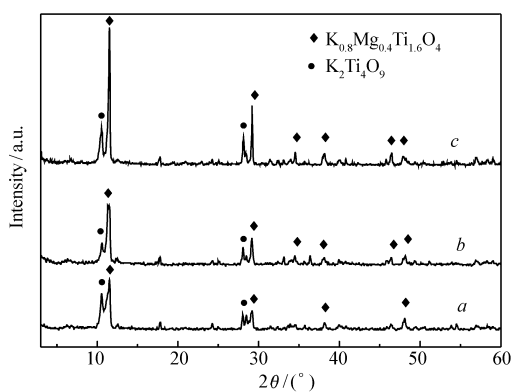


图 2 不同升温速率下制备的 KMTO 片晶的 XRD 图谱

Fig.2 XRD patterns of platy KMTO calcined at different heating rates

a. $1000\text{ }^\circ\text{C}/\text{h}$; b. $200\text{ }^\circ\text{C}/\text{h}$; c. $200\text{ }^\circ\text{C}/\text{h}$ ($<800\text{ }^\circ\text{C}$) and $100\text{ }^\circ\text{C}/\text{h}$ ($>800\text{ }^\circ\text{C}$)

2.2 升温速率对钛酸镁钾片晶组成及形貌的影响

图 2 为三组样品分别以不同的升温速率升温至 $1000\text{ }^\circ\text{C}$ 保温 2 h 合成 KMTO 的 XRD 图谱。从图 2 谱线 a 中可以看出,以升温速率 $1000\text{ }^\circ\text{C}/\text{h}$ 得到的样品,在衍射角 2θ 为 12° 、 28° 、 30° 、 38° 和 48° 附近产生主相 $\text{K}_{0.8}\text{Mg}_{0.4}\text{Ti}_{1.6}\text{O}_4$ [12]; FOM (符合指数) = 46.3, PDF (粉末衍射卡) 为 73-0671, 空间点群为 $\text{Cmc}21(36)$; 晶胞参数为 $a = 379297\text{ nm}$, $b = 1.560786\text{ nm}$, $c = 0.296602\text{ nm}$, $V = 0.17559\text{ nm}^3$ 。但是主相

衍射峰的强度较弱,且产物中含有杂相 $\text{K}_2\text{Ti}_4\text{O}_9$,说明产物纯度较差、晶型还不够完整。这是因为升温速率太快,大量钾元素和氧元素在扩散迁移的过程中时间不足,导致 TiO_2 和 MgO 颗粒内部达到 $\text{K}_{0.8}\text{Mg}_{0.4}\text{Ti}_{1.6}\text{O}_4$ 化学计量比的钾元素、镁元素和氧元素的浓度不够,最终反应不充分。另外,煅烧温度已达 $1000\text{ }^\circ\text{C}$,而四钛酸钾的成核温度在 $800\sim1100\text{ }^\circ\text{C}$ [13],因而不可避免地会产生 $\text{K}_2\text{Ti}_4\text{O}_9$ 副产物。从图 2 谱线 *b* 和谱线 *c* 中可以发现,随着升温速率的降低,原料分解的时间得到延长,从而使主相衍射峰逐渐增强。当以 $200\text{ }^\circ\text{C/h}$ 升温至 $800\text{ }^\circ\text{C}$,接着以 $100\text{ }^\circ\text{C/h}$ 升温至 $1000\text{ }^\circ\text{C}$,保温 2 h 得到的产物结晶度最高。

图 3 为三组样品分别以不同的升温速率升温至 $1000\text{ }^\circ\text{C}$ 保温 2 h 合成 KMTO 的 SEM 照片。由图 3A 可见产物表面粗糙,形貌虽为片状,但是伴有碎片状和小颗粒产生,说明反应不完全且产物结晶度不高。这是由于升温速率过,原料在加热过程中,热量向原料内部传递时内外受热不均,靠近坩埚壁四周的温度比内部的温度高,从而导致材料在结晶过程中大部分在外围完成,而靠近中心部分的材料来不及成核或结晶时间不够,从而导致反应不完全,产物结晶度较低。由图 3B 和图 3C 可见产物表面光滑,形貌均以片状为主,当以 $200\text{ }^\circ\text{C/h}$ 升温至 $800\text{ }^\circ\text{C}$,接着以 $100\text{ }^\circ\text{C/h}$ 升温至 $1000\text{ }^\circ\text{C}$,保温 2 h 得到的产物形貌最佳。这是由于在高温区,较慢的升温速率给原子的扩散提供了相对稳定的扩散迁移氛围,为材料的结晶提供了良好的环境。

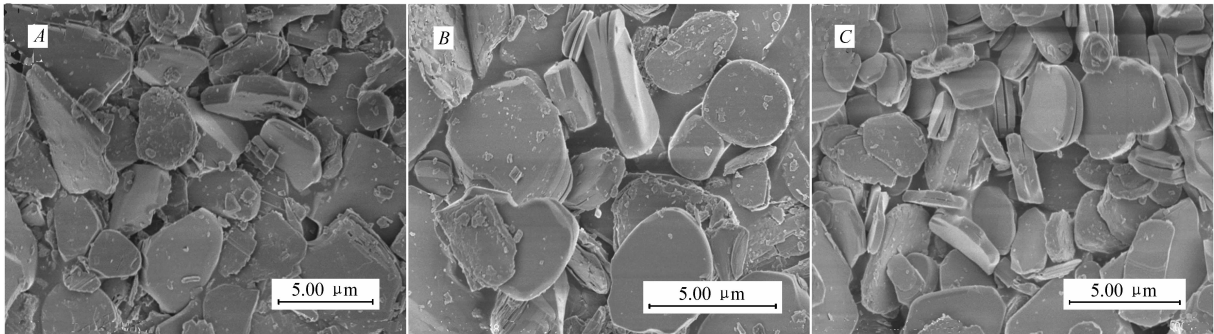


图 3 不同升温速率下制备的 KMTO 片晶的 SEM 照片

Fig. 3 SEM images of platy KMTO calcined at different heating rates
A. $1000\text{ }^\circ\text{C/h}$; B. $200\text{ }^\circ\text{C/h}$; C. $200\text{ }^\circ\text{C/h}(<800\text{ }^\circ\text{C})$ and $100\text{ }^\circ\text{C/h}(>800\text{ }^\circ\text{C})$

2.3 煅烧温度对钛酸镁钾片晶组成及形貌的影响

图 4 为 4 组样品分别在不同的煅烧温度下保温 2 h 合成 KMTO 的 XRD 图谱。从图 4 中可以看出,随着煅烧温度的升高,产物中属于 $\text{K}_{0.8}\text{Mg}_{0.4}\text{Ti}_{1.6}\text{O}_4$ 晶体的衍射峰强度逐渐增强,而 $\text{K}_2\text{Ti}_4\text{O}_9$ 相的衍射峰强度基本不变。这表明升高温度使得反应进行的更加彻底,有利于 $\text{K}_{0.8}\text{Mg}_{0.4}\text{Ti}_{1.6}\text{O}_4$ 的合成,煅烧产物的结

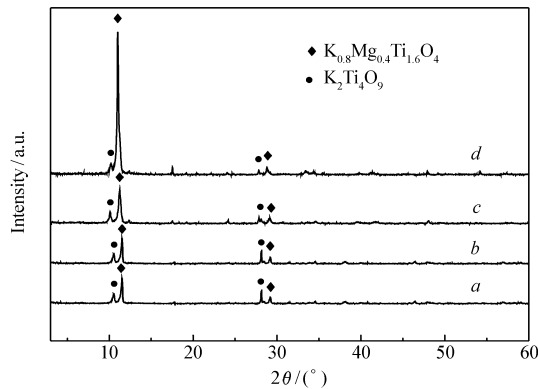


图 4 不同煅烧温度下制备 KMTO 片晶的 XRD 图谱

Fig. 4 XRD patterns of platy KMTO calcined at different temperature
temperature/ $^\circ\text{C}$: a. 950; b. 1000; c. 1050; d. 1150

晶更完整。粉体生长的过程可概括为“成核-生长”^[14]：利用原料中各氧化物在 KCl 熔盐中溶解速率的不同， $\text{K}_{0.8}\text{Mg}_{0.4}\text{Ti}_{1.6}\text{O}_4$ 晶粒的最初形态在成核阶段生成；接着由于晶粒中不同晶粒表面能不同，从而引起各晶面生长速度不同。而 KCl 熔盐对各晶面润湿程度不同，使晶面间生长速率大不相同，最终在降温过程中 $\text{K}_{0.8}\text{Mg}_{0.4}\text{Ti}_{1.6}\text{O}_4$ 晶粒沉淀形成片晶。

图 5 为 4 组样品分别在不同的煅烧温度下保温 2 h 合成 KMT0 的 SEM 照片。当温度在 950 °C 左右时，KMT0 晶粒的形状尺寸较小。这是由于煅烧温度较低，熔盐溶解不够充分，在固相中的液相基质不足，原子扩散减缓，使晶粒生长缓慢。随着温度升高，固相反应加快，在 1000 °C 左右 KMT0 片晶的形貌最为均一，片晶长为 1.0 ~ 4.9 μm，宽为 0.8 ~ 2.7 μm。这是由于 KMT0 晶粒是在 970 °C 左右结晶而成，1000 °C 左右的煅烧温度，比反应温度稍高，为晶体生长提供足够的能量，有利于片晶生长。然而，随着合成温度的进一步提高，片晶尺寸出现两极化：一部分晶粒很小，另一部分晶粒尺寸剧增。这是因为过高的温度使部分晶粒熔化，同时也为部分晶粒生长提供了更大的能量，晶粒在其各个方向的生长动能增大，并通过合并方式实现急剧增长。

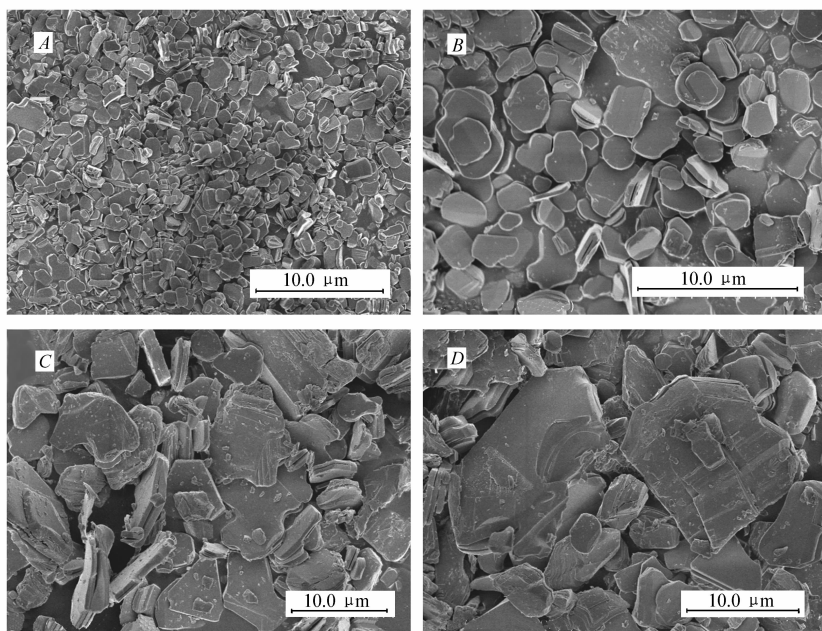


图 5 不同煅烧温度下制备 KMT0 片晶的 SEM 照片

Fig. 5 SEM images of platy KMT0 calcined at different temperature
temperature/°C : A. 950; B. 1000; C. 1050; D. 1150

2.4 保温时间对钛酸镁钾片晶组成及形貌的影响

图 6 是在 1000 °C 合成 KMT0 时分别保温 1、2、3 和 5 h 的 XRD 图谱。从图 6 中可以看出，随着保温时间变化，4 组样品的主副相产物组成并没有发生变化，依然为 KMT0 和 $\text{K}_2\text{Ti}_4\text{O}_9$ 。但是主相产物 KMT0 的结晶度随着保温时间的增长呈现出先增后减的趋势，而副相产物 $\text{K}_2\text{Ti}_4\text{O}_9$ 的结晶度却呈现出先减后增的趋势。当保温时间为 2 h 时，产物主相的结晶度最高，此时杂相 $\text{K}_2\text{Ti}_4\text{O}_9$ 的含量最低。这是因为保温时间的延长给原子的扩散提供了充足的时间，从而形成高结晶度的 KMT0；然而，保温时间过长，也导致了液相基质中镁元素的损失，因此产物中杂相 $\text{K}_2\text{Ti}_4\text{O}_9$ 的含量随之增多。

图 7 是在 1000 °C 合成 KMT0 时分别保温 1、2、3 和 5 h 的 SEM 照片。从图 7 可以看出，在保温时间为 1 h 或 2 h 时，产物形貌无较大区别，表面光滑，形貌比较均匀。这是因为在一定的煅烧温度下，延长保温时间，为原子扩散继续提供驱动力，使煅烧产物的晶体长大。加之片状粉体晶粒尺寸较大，制样时在压力作用下，晶粒表面与样品台表面平行而形成了主相择优取向^[15]，从而使产物的纯度和结晶度达到最高。但当保温时间为 3 h 或更长时，片晶外观变得不均匀，有的片晶较大，有的片晶很小，且有少量片晶出现打弯现象。这是由于过长的保温时间使液相基质的内能过足，从而使小的片晶熔化变小，而镁

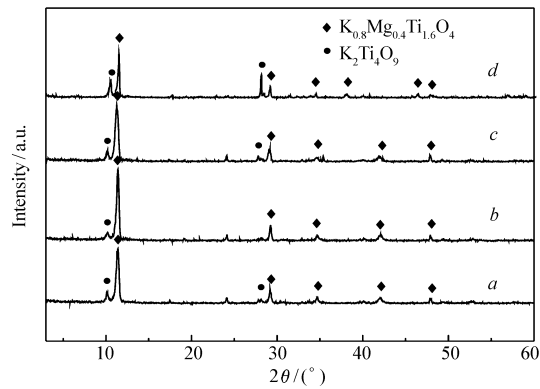


图 6 不同保温时间制备 KMTO 片晶的 XRD 图谱
Fig. 6 XRD patterns of platy KMTO calcined for different time
a. 1 h; b. 2 h; c. 3 h; d. 5 h

元素的损失也促使体系的各向异性降低,导致晶粒朝着三维方向生长,最终长成大的块体。

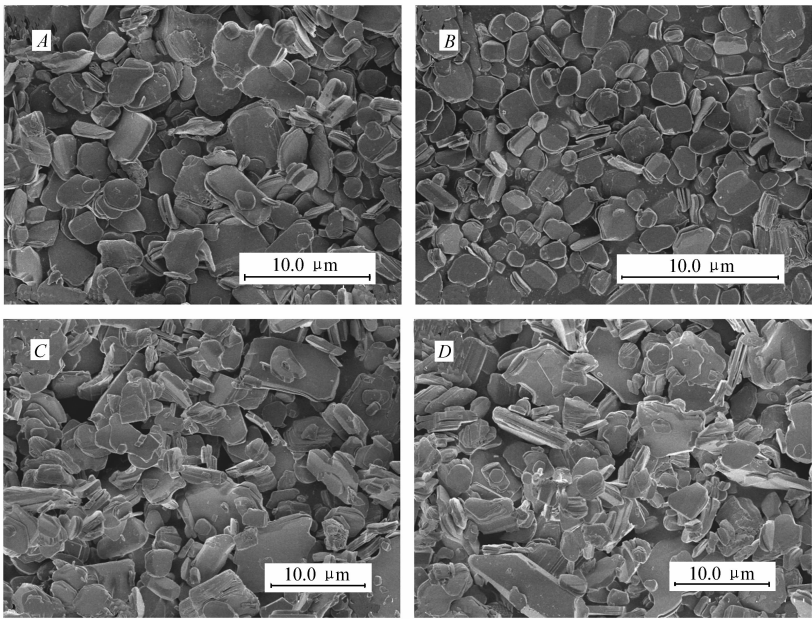


图 7 不同保温时间制备 KMTO 片晶的 SEM 照片
Fig. 7 SEM graphs of platy KMTO calcined for different time
A. 1 h; B. 2 h; C. 3 h; D. 5 h

3 结 论

本文采用熔盐法,以 TiO_2 、 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 和 K_2CO_3 为原料,选用 KCl 为熔盐,并以不同煅烧工艺(升温速率、煅烧温度、保温时间)制得 $\text{K}_{0.8}\text{Mg}_{0.4}\text{Ti}_{1.6}\text{O}_4$ 片晶。根据 XRD 和 SEM 技术手段分析比较,从而得出下列结论:1)煅烧温度对 KMTO 片晶的质量影响最大,片晶在 $1000\text{ }^\circ\text{C}$ 时结晶度最高,且副产物最少。随着煅烧温度增高,片晶结晶度呈现出下降的趋势,尺寸出现大小两极化趋势;2)保温时间对 KMTO 片晶结晶度影响较小,但是时间过长使片晶形貌均匀性呈现出变差趋势,且表面变得粗糙;3)升温速率对 KMTO 片晶影响较大,高温段升温速率放缓有利于片晶结晶度的提高,形貌尺寸也会比较均匀;4)制备 KMTO 片晶的最佳煅烧工艺:煅烧温度 $1000\text{ }^\circ\text{C}$,保温时间 $1\sim 2\text{ h}$,升温速率 $200\text{ }^\circ\text{C/h}$ ($< 800\text{ }^\circ\text{C}$), $100\text{ }^\circ\text{C/h}$ ($> 800\text{ }^\circ\text{C}$)。

参 考 文 献

- [1] LU Xiaohua, WANG Changsong, ZHAO Lishun, *et al.* A Method for Preparing the Magnesium Potassium Titanate from Carnallite; CN, 200810023312.9[P], 2008-09-03 (in Chinese).
陆小华, 王昌松, 赵立顺, 等. 一种从光卤石出发制备钛酸钾镁的方法: 中国, 200810023312.9[P], 2008-09-03.
- [2] Ogawa H, Inada K, Takahashi S, *et al.* The Preparation Method of Lepidocrocite Potassium Magnesium Titanate and Friction Materials; CN, 01813460.2[P], 2003-07-27 (in Chinese).
小川博, 高桥滋男, 糸井伸树, 等. 纤铁矿钛酸钾镁及其制备方法以及摩擦材料: 中国, 01813460.2[P], 2003-07-27.
- [3] GAO Xian, YANG Kunpeng, YAO Wenjun, *et al.* Performances Comparison of Resin-based Brake Pads Filled with Potassium Magnesium Titanate and Iron Sodium Titanate Platelets[J]. *J Nanjing Univ Technol* (Nat Sci Ed), 2016, **38**(2): 94-99 (in Chinese).
高贤, 杨昆鹏, 姚文俊, 等. 钛酸钾镁和钛酸铁钠片晶填充树脂基刹车片性能对比[J]. 南京工业大学学报(自然科学版), 2016, **38**(2): 94-99.
- [4] Cho K H, Cho M H, Kim S J, *et al.* Tribological Properties of Potassium Titanate in the Brake Friction Material; Morphological Effects[J]. *Tribol Lett*, 2008, **32**(1): 59-66.
- [5] WANG Changsong, YANG Bo, WU Xunkun, *et al.* Effect of Potassium Titanate Whisker and Potassium Magnesium Titanate as Fillers on the Brake Performance [C]//The Tenth International Symposium on Technical Exchange and Product Exhibition of Friction Materials and the First International Symposium on Technical Exchange and Product Exhibition of the Patents about Auto and Motorcycle Parts. Tianjing, 2008, 19: 26-28 (in Chinese).
王昌松, 杨波, 吴训锟, 等. 钛酸钾晶须、钛酸钾镁片晶作填料对刹车片性能的影响[C]//第十届国际摩擦密封材料技术交流暨产品展示会及首届国际汽车摩托车零部件专利新产品技术交流暨展示会论文集. 天津, 2008: 26-28, 19.
- [6] ZOU Xinjian, LI Liang. Process and Equipment for Production of Vanadium and Titanate[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2014: 175-176 (in Chinese).
邹建新, 李亮. 钒钛产品生产工艺与设备[M]. 北京: 化学工业出版社, 2014: 175-176.
- [7] Novel Environment-friendly Friction Materials of Platy Titanate [Z]. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Science, 2009 (in Chinese).
新型环保摩擦控制剂钛酸盐鳞片晶[Z]. 中国科学院金属研究所, 2009.
- [8] SHEN Yutian, XU Yanji, SHEN Sibao, *et al.* A Method for Preparing Potassium Titanate Magnesium Directly Using the Magnesium Oxide; CN, 201110161396.4[P]. 2011-06-16 (in Chinese).
申玉田, 徐艳姬, 申偲伯, 等. 一种直接利用氧化镁制备钛酸钾镁的方法: 中国, 201110161396.4[P], 2011-06-16.
- [9] YU Yuhua, LIN Xin, GUO Jiguang. A Preparation Method of Potassium Hexatitanate; CN, 201510173467.0[P], 2015-08-19 (in Chinese).
於玉华, 林鑫, 郭继光. 一种六钛酸钾晶片的制备方法: 中国, CN201510173467.0[P], 2015-8-19.
- [10] Hideaki N, Kunimitsu K, Junji A, *et al.* Titanate Compound, Alkalimetal Titanate Compound, Method for Producing the Same, and Electricity Storage Device Using Them as the Active Material; CN, 201532965[P], 2015-09-01.
- [11] FU Wang. Preparation and Characterization of Titanate Materials[D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2014 (in Chinese).
傅旺. 钛酸盐材料的制备和表征[D]. 大连: 大连理工大学, 2014.
- [12] Tan Y N, Song N, Liu Y, *et al.* Synthesis of Platy Potassium Magnesium Titanate and Its Application in Removal of Copper Ions from Aqueous Solution[J]. *Trans Nonferr Met Soc China*, 2015, **25**(3): 981-990.
- [13] CHEN Jinmin, WANG Qilin, HUANG Zhiliang, *et al.* The Research of $K_2Ti_4O_9$ Whisker Prepared by a Sintering Method [J]. *J Wuhan Inst Technol*, 2007, **29**(2): 54-56 (in Chinese).
陈金民, 汪奇林, 黄志良, 等. 烧结法制备四钛酸钾晶须的研究[J]. 武汉工程大学学报, 2007, **29**(2): 54-56.
- [14] Yasuyoshi S. Alkali Metal-containing Niobate-based Piezoelectric Material Composition and a Method for Producing the Same; US, 20000511316[P], 2002-05-14.
- [15] ZHANG Yanghong, ZENG Jiangtao, LI Guorong, *et al.* Synthesis of Plate-like $K_{0.5}Bi_{0.5}TiO_3$ Particles by Topochemical Method[J]. *Chem J Chinese Univ*, 2009, **30**(10): 1930-1934 (in Chinese).
张阳红, 曾江涛, 李国荣, 等. 局部化学法合成 $K_{0.5}Bi_{0.5}TiO_3$ 片状晶粒及其反应机理研究[J]. 高等学校化学学报, 2009, **30**(10): 1930-1934.

Effect of Calcination Process on Platy Potassium Magnesium Titanate by Molten Salt Method

LIU Hao, ZHAO Beibei, SHANG Shaoming*, GU Dan

(School of Chemical and Material Engineering, Jiangnan University, Wuxi, Jiangsu 214122, China)

Abstract Potassium magnesium titanate with excellent mechanical properties is widely used as friction materials of various advanced brake pads. The influence of composition and morphology on braking effect is very large, but the traditional synthesis method can not effectively control it. In this paper, we successfully obtained the potassium magnesium titanate with excellent crystallinity and morphology by controlling the calcination process. Platy potassium magnesium titanate(KMTO) was synthesized by molten salt method with KCl as the molten salt and $Mg(OH)_2$, K_2CO_3 and TiO_2 as raw materials. The effect of calcination process (heating rate, calcination temperature and holding time) on phase composition and morphology of obtained KMTO were analyzed by X-ray diffraction and scanning electron microscopy. The mechanism of this reaction was explored preliminarily. Calcination process was found to significantly affect the composition and morphology of KMTO synthesized by molten salt method. When raw materials are calcined at 1000 °C for 2 h by heating rate at 200 °C/h (> 800°C) and 100 °C/h (> 800 °C), platy $K_{0.8}Mg_{0.4}Ti_{1.6}O_4$ with high crystallinity and uniform morphology is obtained after washing and drying.

Keywords molten salt method; calcination process; potassium magnesium titanate; plate-like

Received 2016-12-12; Revised 2017-01-17; Accepted 2017-02-23

Supported by the Major Projects of Science and Technology of Guizhou Province(No.20122016)

Corresponding author: SHANG Shaoming, associate professor; Tel: 0510-85917090; Fax: 0510-85917763; E-mail: smshang@jiangnan.edu.cn; Research interests: functional inorganic powder materials