

# 橄榄状纳米材料的制备与表征

马新起 郭新勇 金振声 杨建军 张治军

(河南大学化学化工学院 特种功能材料省重点实验室, 河南 开封 475001)

**摘要:**以纳米管钛酸钠和氯铂酸为原料,制备了一种橄榄状纳米材料。透射电镜分析表明,所得纳米微粒呈橄榄状,分布均匀,平均长约为 120 nm、直径约为 40 nm。对纳米级橄榄状物质的生成机理进行了初步探讨。

**关键词:**纳米管钛酸钠;橄榄状纳米材料;制备

中图分类号:TQ134.11;TQ138.26

文献标识码:A

文章编号:0253-4320(2004)09-0044-02

## Preparation and characterization of an olive shape nanometer material

MA Xin-qi, GUO Xin-yong, JIN Zhen-sheng, YANG Jian-jun, ZHANG Zhi-jun

(Henan Provincial Key Laboratory of Special Functional Materials, College of Chemistry and Chemical Engineering, Henan University, Kaifeng 475001, China)

**Abstract:** The preparation process of an olive shape nanometer material by sodium titanate of nanotube and chloroplatinic acid is studied. The transmission electron microscopy showed that, the nanometer particle is olive shaped and well distributed, the average particle length is 120 nm, and the particle diameter is 40 nm approximately. The formation mechanism of the olive shape substance was discussed.

**Key words:** sodium titanate of nanotube; olive shape nanometer material; preparation

纳米微粒的形状有块状、针状、片状、树枝状、管状、球状等,由于纳米微粒本身具有不同的形状和表面效应而出现许多特有的性质和用途,近年来备受关注<sup>[1-7]</sup>,但至今未见有橄榄状纳米微粒方面的报道。笔者采用化学处理法制备的层状纳米管钛酸钠为原料,在一定条件下与氯铂酸反应得到橄榄状纳米微粒。该橄榄状纳米材料由于独特的形状,可能在催化或其他领域有应用潜力。

## 1 实验部分

### 1.1 主要试剂和仪器

纳米管钛酸钠,自制; $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ , AR, 长春市二道精细化工厂;盐酸、烧碱、丙酮、无水乙醇等试剂,均为 AR 级。

85-1 型恒温磁力搅拌器,常州国华电器有限公司;PHS-29A 型酸度计,上海雷磁仪器厂;JEM-2010 高分辨透射电镜,日本电子株式会社;X'Pert Pro X-射线衍射仪(XRD),荷兰飞利浦公司;ESCALAB210 型 XPS,英国 VG 公司。

### 1.2 实验方法

纳米管钛酸钠的制备与预处理是根据文献[8-

9]进行的。将 2 g 干燥的纳米管钛酸钠加入盛有 200 mL 无水丙酮的烧杯中,密闭下磁力搅拌 12 h,分离后加入等量新的无水丙酮,重复以上操作 8 次;在 0.06~0.08 MPa 真空下抽空 31 h;然后加入质量浓度为 290 g/L 的氯铂酸乙醇溶液 3.4 mL,在空气中自然干燥后,用适量蒸馏水洗涤、过滤、干燥,在 300℃ 的空气中煅烧后得到粉末状样品。

## 2 实验结果与讨论

### 2.1 透射电镜形貌分析

图 1 为样品不同放大倍数的透射电镜(TEM)形貌图,颗粒呈纳米尺寸的橄榄状,分布均匀,平均长约为 120 nm,直径约为 40 nm。

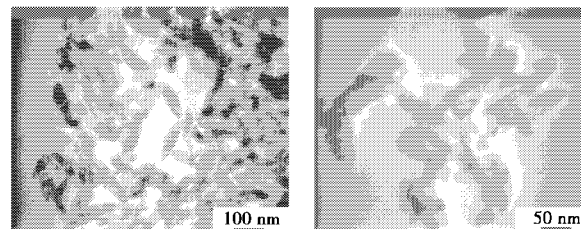


图 1 样品的 TEM 形貌图

收稿日期:2004-05-13

基金项目:国家自然科学基金资助项目(20071010)

作者简介:马新起(1963-),男,本科,副教授,主要从事纳米材料及有机化工方面的研究;金振声(1929-),男,本科,教授,主要从事光催化方面的研究,通讯联系人, zhenshengjin@henu.edu.cn。

## 2.2 X射线光电子能谱分析

图2为橄榄状纳米微粒样品的X射线光电子能谱(XPS)谱图,可知橄榄状纳米微粒表面的铂原子摩尔分数为9.7%,铂粒系由Pt(OH)<sub>2</sub>(Pt 4f7, 72.3 eV)和PtO<sub>2</sub>(Pt 4f7, 74.5 eV)的混合物组成。

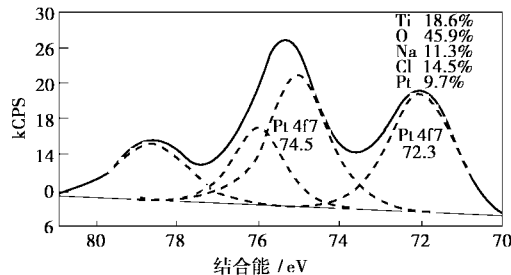
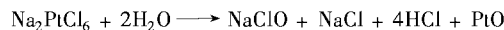
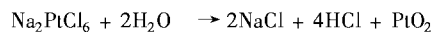
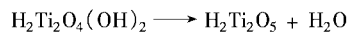
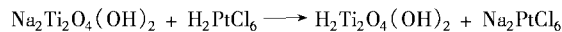


图2 样品的XPS谱图

## 2.3 形成机理分析

在本实验中,橄榄状纳米微粒是在真空下的纳米管钛酸钠与氯铂酸乙醇溶液所形成的体系中形成的。碱性的纳米管钛酸钠遇到酸性的氯铂酸反应,氯铂酸置换纳米管钛酸钠中的钠离子,最终形成包裹了氯铂酸钠的橄榄状纳米钛酸微粒;通过在300℃的空气中煅烧,得到含有PtO<sub>2</sub>、PtO、Pt单质的

橄榄状纳米微粒。即纳米管钛酸钠在转化为钛酸的过程中,其形状由纳米管状转化为橄榄状。



## 参考文献

- [1] 高原,马永祥,力虎林.[J].高等学校化学学报,2003,24(6):1089-1092.
- [2] 程筠,丁晓夏,甘仲维,等.[J].华中师范大学学报(自然科学版),2000,34(4):308-410.
- [3] 刘虹雯,侯士敏,刘赛锦,等.[J].物理化学学报,2001,17(5):427-431.
- [4] 张景贤,江东亮,谭寿洪.[J].硅酸盐学报,2000,28(2):142-146.
- [5] 张孝彬,熊文庆.[J].浙江农业大学学报,1998,24(增刊):81-82.
- [6] 邓联文,江建军,赵振声.[J].功能材料与器件学报,2002,8(3):271-273.
- [7] 张东涛,张久兴,周美玲.[J].金属功能材料,2002,9(4):15-19.
- [8] Yang Jianjun, Jin Zhensheng, Wang Xiaodong, et al. [J]. Dalton Transactions, 2003, 20: 3898-3901.
- [9] 王晓冬,李伟,金振声.[J].化学研究,2003,14(2):5-8. ■

# 资源综合利用关键技术国家重大产业技术开发专项

## 1 共伴生资源、低品位矿和尾矿资源综合利用技术

重点开发内容:复杂多金属硫化矿矿浆电解处理新技术,难处理复杂金矿原矿循环流态化焙烧技术,中低品位氧化锌矿选冶联合处理技术,煤系高岭土的回收与产品深加工技术,贵重、稀有尾矿资源整体综合利用技术,大用量、低成本、高附加值尾矿微晶玻璃、微晶玉石开发技术。

预期目标:通过开发共伴生矿、低品位矿和尾矿资源综合利用技术,提高综合利用水平,减少污染和占用土地。

## 2 工业废弃物综合利用技术

重点开发内容:粉煤灰长距离气力输送技术,高掺量、复合利用工业废渣制备高性能辅助性胶凝材料技术,大掺量粉煤灰建筑材料及其应用技术,粉煤灰资源的高附加值利用专用设备及技术,高铝粉煤灰生产铝硅系列合金;煤矸石电厂脱硫技术,煤矸石砖厂炉窑温度自动调控技术;工业副产品石膏加工利用技术;燃煤发电厂烟气脱硫灰渣完全资源化清洁生产技术。

预期目标:通过相关技术的开发,解决工业固体废弃物综合利用的关键技术,提高工业固体废弃物的利用量,使全国工业固体废弃物的利用率从现在的53%在五年

内提高到60%。

## 3 再生资源综合利用技术

重点开发内容:废旧机电产品资源化关键技术,废旧家用电器回收利用技术,双室反射炉的研究开发,废杂铜直接生产铜基合金技术,新型再生铅技术,印刷线路板回收利用与无害化处理技术;废纸脱墨及生产文化用纸技术开发及装备,废纸脱墨浆化学品技术;公路用胶粉改性沥青技术及装备,废丁基胶再生及应用技术,废橡胶利用中有害废气治理技术及装备;废塑料改性利用技术,废塑料制再生塑料深加工产品利用技术。

预期目标:针对一些再生资源,重点开发综合利用技术,提高再生资源回收量,使我国再生资源利用技术达到发达国家先进水平。

## 4 新型节材技术

重点开发内容:木材改性技术;高强多层(含双拱)瓦楞纸板与制箱技术,竹胶板包装箱及制品的开发应用技术,木塑复合材料及制品的开发应用技术。

预期目标:提高人工速生林和低价值木材的性能,代替天然木材;大幅提高代木包装的技术水平。

(详情见国家发改委发改办[2004]1277号文)