

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2008-345

(13) Druh dokumentu: **A3**

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **05.06.2008**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **16.12.2009**
(Věstník č. 50/2009)

(51) Int. Cl.:

C01G 23/04 (2006.01)

C01G 23/08 (2006.01)

B82B 3/00 (2006.01)

(71) Přihlašovatel:

České technologické centrum pro anorganické pigmenty,
a. s., Přerov, CZ
PRECHEZA a.s., Přerov, CZ

(72) Původce:

Špaňhel Lubomír, D-97297 Waldbüttelbrunn, DE
Surýnek Martin, Tlumačov, CZ
Mlčoch Antonín, Samotíšky, CZ
Winter Josef, Kroměříž, CZ

(74) Zástupce:

INPROCHES Patentová a známková kancelář, Ing.
Mihnea Gheorghiu, CSc., Mezírka 1, Brno, 60200

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Způsob přípravy koncentrovaných
nanodisperzí a redispergovatelných
nanoprášků z oxidu titaničitého a jejich
použití**

(57) Anotace:

Způsob přípravy koncentrovaných nanodisperzí a
redispergovatelných nanoprášků z oxidu titaničitého je
založen na tepelné kondenzaci ethanolického roztoku směsi
titaničitých sloučenin (sumárně $TiOCl_2$), s případným
přídavkem polyolů a varu pod zpětným chladičem. Separace
disperzního podílu se provádí odpařením nebo filtrací a
kontrolovaným sušením filtračního koláče. Nanočástice TiO_2
podle vynálezu lze využít zejména jako plnivo do
transparentních nátěrových hmot nebo polymerů a při
vytváření tenkých vrstev TiO_2 na skle, keramice a podobných
substrátech.

CZ 2008 - 345 A3

Způsob přípravy koncentrovaných nanodisperzí a redispergovatelných nanoprášků z oxidu titaničitého a jejich použití.

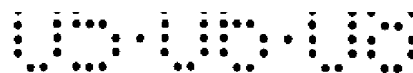
Oblast techniky

Vynález se týká způsobu přípravy koncentrovaných nanodisperzí a redispergovatelných nanoprášků z oxidu titaničitého a jejich použití.

Stav techniky

Průmyslová příprava nanodisperzí a redispergovatelných nanoprášků z oxidu titaničitého patří k nejintenzivněji sledovaným směrům v oblasti aplikované chemické nanotechnologie. Existují různé způsoby a značný počet patentů, které popisují přípravu nanočástic TiO_2 . K průmyslově nejrozšířenějším produkčním procesům s hmotnostně největším podílem na celkové světové produkci oxidu titaničitého a tím i nanočástic TiO_2 , patří chloridový a sulfátový způsob. V případě chloridového způsobu vzniká složitá směs sloučenin titanu, kterou lze schematicky vyjádřit vzorcem TiOCl_2 , jež může být prekursorem pro přípravu nanočástic z TiO_2 . V případě sulfátového způsobu přípravy TiO_2 vzniká nejdříve roztok TiOSO_4 , který se tepelnou hydrolyzou převede na semikrystalickou pastu TiO_2 , která se promyje a následně vaří s hydroxidem sodným za vzniku titanátu sodného. Titanát sodný se za laboratorní teploty rozpustí v nadbytku kyseliny chlorovodíkové za vzniku vodného roztoku TiOCl_2 , jež je rovněž použitelný jako prekursor pro přípravu nanočástic TiO_2 .

Vhodnou volbou podmínek lze těmito metodami docílit přípravy nanočástic TiO_2 různých velikostí, struktur a morfologií, avšak téměř vždy je v prováděném procesu výsledný materiál vystaven vysokým teplotám a to buď kvůli reakčním podmínkám nebo z důvodu docílení krystalizace amorfních meziproductů. V obou případech však většinou dochází k agregacím primárních částic. Připravený produkt je většinou nezbytné podrobit některé energeticky náročné metodě dispergace s cílem rozrušit tyto agregáty v přítomnosti sterických stabilizátorů tak, aby nedocházelo k reagraci. V tomto procesu je možno připravit pouze relativně transparentní disperze, kdy se transparentnosti docílí pouze při velmi zředěných koncentracích a ve velmi tenkých optických vrstvách, kde je výrazně potlačen Rayleighův rozptyl světla.



Vodné roztoky chloridů titanu, které jsou používány jako prekursor pro přípravu nanočástic TiO₂, obecně obsahují vodu, chlorovodík, oxychlorid titanu a chloridy titanu. Složení roztoku může kolísat v závislosti na obsahu chlorovodíku a titanu a nelze je přesně definovat. Obsah chlorovodíku např. může kolísat v rozmezí od 3 do 40 % hmot. a obsah titanu může kolísat od 1 g/l do 500 g/l. V patentové literatuře i v odborných publikacích se zkráceně označuje jako roztok TiOCl₂.

V EP 0 774 443 B1 (priorita DE 20.11.1995) je popsán způsob přípravy redispergovatelných nanočástic TiO₂ s velikostí částic mezi 1 a 10 nm (stanoveno v ultracentrifuze). Při tomto způsobu reakcí roztoku NaOH a tzv. „černého roztoku“ nebo TiOSO₄ meziprojektu ze sulfátového způsobu výroby přípravy TiO₂, připraví filtrační koláč - pasta. Tato pasta je dispergována ve vodě a po přidavku HCl dochází k vyčerení systému. Z patentu není zřejmé, že tímto způsobem byly připraveny krystalizované nanočástice TiO₂.

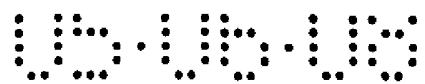
Mezi další známé způsoby přípravy nanočástic TiO₂ patří sol-gel metoda, hydrotermální způsob přípravy za zvýšených teplot a tlaků a CVD (Chemical Vapor Deposition).

Například podle způsobu sol-gelové techniky se alkokidy titanu hydrolyzují vodou v alkoholickém prostředí (například J. Livage Mat. Sci. Forum 152-153 (1994), p. 43 – 54) podle rovnice :



Vznikající nanočástice se mohou stabilizovat pomocí polyolů, organosilanů, solemi organických kyselin nebo β-diketonů. Tyto postupy je možno použít pro přípravu celé škály různých struktur krystalizovaných nanočástic daných především koncentrací alkokidu, poměrem alkokidu k vodě a hydroxidu a rychlostí dávkování jednotlivých složek reakčního prostředí. Tyto metody jsou však nákladné a použitelné spíše v malém měřítku pro speciální aplikace. Stejně tak je v malém měřítku využitelná i metoda CVD.

Jako příklad uvádíme publikaci Cozzoli, P. D.; Kornowski, A.; Weller, H. "Low-Temperature Synthesis of Soluble and Processable Organic-Capped Anatase TiO₂ Nanorods" Journal of the American Chemical Society 2003, 125 (47), 14539-14548.,



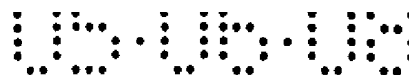
kde se popisuje příprava redispergovatelných nanočástic TiO_2 z isopropoxidu titanu stabilizovaného kyselinou olejovou nebo C_8 fosfonovou nebo C_{14} fosfonovou. Takto připravené nanočástice byly jednoduše redispergovatelné v organických rozpouštědlech, převážně v hexanu a chloroformu.

V EP 1 194 380 B9 (priorita US 24.06.1999, 07.02.2000 a 14.02.2000) je popsán způsob přípravy nanočástic TiO_2 z vodných roztoků kyseliny chlorovodíkové, oxychloridu titanu a chloridů titanu, při kterém se v případné přítomnosti různých proces modifikujících chemických substancí připravují nanočástice TiO_2 . V tzv. rozprašovací sušárně, pod teplotou kalcinace, kdy ještě nenastává výrazná krystalizace, se provede řízené odpaření přebytku HCl a vody za vzniku TiO_2 , který se následně kalcinuje při různých dobách zdržení a teplotě nad $450\text{ }^\circ\text{C}$.

Vodné nanodisperze a práškové nanopigmenty připravené ve větším průmyslovém měřítku obvykle vycházejí z levnějších chloridových nebo síranových prekurzorů. V případě těchto způsobů přípravy nanočástic, se většinou jedná o silně kyselé roztoky s pH kolem 1 nebo silně zásadité roztoky s pH kolem 11, mléčného vzhledu, který je způsobený přítomností agregátů primárních částic. Velikost primárních částic se většinou pohybuje v rozmezí od 5 nm do 10 nm, zatímco jejich agregáty mají velikost od 30 nm do řádově několika stovek nm. Jejich dispergovatelnost je omezená z důvodu obtížného rozrušení vzniklých agregátů, což snižuje optickou kvalitu výsledných formulací. To má za následek značně omezené využití do oblastí techniky kde je vyžadována maximální transparentnost. Pro široké aplikace nanočástic z oxidu titaničitého stále ještě nejsou splněny následující požadavky:

- 1) optická transparentnost neagregovaných nanodisperzí
- 2) redispergovatelnost nanoprášků za vzniku čirých nanodisperzí
- 3) povrchová modifikovatelnost primárních nanočástic o velikosti do 20 nm.
- 4) ekonomicky a ekologicky přijatelná výroba koncentrovaných nanodisperzí v průmyslovém měřítku

Vhodným produktem pro aplikace by byl redispergovatelný, povrchově modifikovatelný práškový polotovar na bázi nanočástic anatasu s velikostí do 20 nm z titan-oxychloridového prekurzoru, jehož příprava, podle dostupných informací, zatím není známá.



Podstata vynálezu

Podle tohoto vynálezu je možné připravit koncentrované, čiré, neagregované nanodisperze a ve vodě redispergovatelné nanoprášky anatasových nanočástic TiO_2 . Chemická příprava anatasových nanočástic podle tohoto vynálezu je založená na výchozím prekursoru, vodném roztoku chloridů titanu. Vodné roztoky chloridů titanu, které jsou používány jako prekursor pro přípravu nanočástic TiO_2 , obecně obsahují vodu, chlorovodík, oxychlorid titanu a chloridy titanu. Složení roztoku může kolísat v závislosti na obsahu chlorovodíku a titanu a nelze je přesně definovat. V patentové literatuře a odborných publikacích se zkráceně označuje jako TiOCl_2 . Označení TiOCl_2 v tomto dokumentu je použito v tomto smyslu.

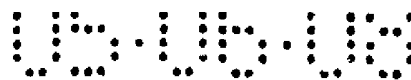
Postup přípravy neagregovaných produktů probíhá v následujících etapách:

- 1) příprava alkoholických roztoků TiOCl_2 , které mohou případně obsahovat další komplexotvorné sloučeniny vybrané ze sloučenin typu polyolů nebo solí organických kyselin, zejména octanů,
- 2) tepelná dekompozice kyselých nebo silně kyselých roztoků TiOCl_2 ,
- 3) separace disperzního podílu odstředěním, odpařením nebo filtrací a kontrolovaným sušením.
- 4) Příprava disperzí nanočástic TiO_2 vychází z alkoholických roztoků TiOCl_2 v alkoholech C_1 až C_{10} s 0,01 - 10 % hmot. vody. K alkoholickému roztoku mohou být přidány také polyoly nebo soli organických kyselin, zejména octanů.

Jedná se zejména o glykoly, např. neopentylglykol, (2,2-dimethyl-1,3-propandiol) nebo trimethylolpropan (2-ethyl-2-(hydroxymethyl)-1,3-propanediol). Molární poměr Ti k polyolům, případně k solím organických kyselin se může pohybovat od 0,01 do 20.

Takto připravené roztoky mohou být před tepelnou dekompozicí odpařením částečně zbaveny přebytečné HCl a případného nadbytku polyolů. Opětovným rozpuštěním vznikajících gelů v alkoholech se získají čiré disperze použitelné k tepelné dekompozici na krystalizované nanočástice TiO_2 .

Před tepelnou dekompozicí prekursoru pro přípravu nanočástic TiO_2 lze také provést snížení koncentrace volné HCl extrakční metodou při pokojové nebo i zvýšené



teplotě. Při použití této metody se do čirého alkoholického roztoku prekursoru, který obsahuje přibližně 0,1-2 M Ti, přidávají soli organických kyselin $C_2 - C_{18}$, s výhodou octan sodný nebo draselný. V systému přitom začne spontánně vznikat slabá karboxylová kyselina a jako vedlejší produkt vzniká chlorid s kationem podle použitého typu organické soli. V průběhu přidávání soli organické kyseliny dochází v závislosti na koncentraci přítomného Ti a množství přidané soli organické kyseliny k růstu pH systému z $pH < 2$ až k $pK = 4$ až 5. Po zreagování se kapalná fáze izoluje dekantací nebo filtrací, přičemž na jedné straně zůstává alkoholický roztok Ti s hodnotou $pH < 5$ a oddělená sůl. Takto připravený roztok Ti může být použit k přípravě krystalizovaných nanočástic TiO_2 tepelnou dekompozicí.

Před tepelnou dekompozicí, mohou být alkoholické roztoky dopovány přidavkem alespoň jednoho monovalentního, bivalentního, trivalentního nebo vícevalentního kationtu, jako jsou Li, Na, K, Ag, Hg, Cu, Be, Mg, Ca, Sr, Ba, Cd, Sn, Pb, Fe, Co, Zn, Ni, Al, Sc, Hf, Ti, Zr, Ce ve formě jejich anorganických nebo organických solí, výhodně octanem hlinitým nebo zinečnatým. Přitom molární poměr titan/kation je 0,0001 až 0,1, s výhodou 0,001 až 0,01.

Alkoholický roztok s přidavkem polyolů, připravený pro tepelnou dekompozici, lze použít k přípravě transparentních tenkých vrstev na skle, keramice a podobných substrátech, které se následně musí žíhat při teplotách minimálně 150 °C. K přípravě tenkých vrstev, mohou být použity s výhodou obvyklé metody, jako např. máčněním (dip-coating) nebo odstředivým nanášením (spin-coating).

Tepelná dekompozice se provádí tak, že se připravený alkoholický roztok prekursoru o koncentraci 0,01 – 3 M Ti se vaří pod zpětným chladičem po dobu 0,5 až 6 hodin. Přitom dochází ke krystalizaci anatasových nanočástic o velikosti 4 – 20 nm a jejich precipitaci. Separaci nanočástic lze provést odpařením disperzního prostředí, dekantací, odstředěním, filtrací nebo sušením, případně kombinací těchto metod za atmosférického nebo s výhodou za sníženého tlaku při cca 20 -150 mbar a teplotách v rozmezí od pokojové teploty až do 140 °C. Vzniklé redispergovatelné nanoprášky jsou lehce rozpustné ve vodě do formy čirých nanodisperzí, přičemž povrch částic je modifikovatelný. Vodné disperze anatasových nanodisperzí jsou čiré v oblasti molarit od 0,001 do 0,5 M a jejich hodnoty pH leží mezi 2,0 – 2,5. Se zvyšováním koncentrace nanočástic TiO_2 nad 0,5 M TiO_2 dochází k výraznému snížení

mezičásticových vzdáleností a k vzniku reverzibilních agregátů TiO_2 , což se projevuje zvýšením rozptylu světla. Částečným zředěním disperze je možné získat transparentní nanodisperzi. Nánočástice se částečně dispergují také v alkoholech. Vzniklé anatasové nanočástice mají silnou fotokatalytickou aktivitu. Disperze nanočástic TiO_2 ve směsi alespoň jednoho alkoholu C_1 až C_3 s polyolem, např. neopentylglykolem, v molárním poměru 3 : 1 až 10 : 1 a koncentraci 0,01 až 3 M jsou vhodné pro vytváření tenkých vrstev na skle, keramice a podobných substrátech.

Vynález je blíže osvětlen v příkladech provedení vynálezu.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

Proces přípravy koloidní disperze TiO_2 odpařením a komplexací TiOCl_2 pomocí glykolů.

Proces komplexace se provádí ve skleněné baňce ve které se nejdříve připraví roztok 96 %-ním ethanolu neopentylglykolem (2,2-dimethyl-1,3-propandiol). Za stálého míchání se k tomuto roztoku přidává cca 5 M Ti ve formě TiOCl_2 tak, aby výsledná koncentrace Ti byla maximálně 2,5 M, přičemž molární poměr Ti k polyolu je 2. Takto připravené sóly se primárním odpařením částečně zbaví přebytečné HCl a polyolu, přičemž vznikne transparentní gel. Opětovným rozpuštěním gelu v 96 %-ním ethanolu vznikne čirá disperze o koncentraci 2,5 M Ti.

Příklad 2

Tepelná dekompozice TiOCl_2 připraveného podle příkladu 1.

Do skleněné baňky se přidá roztok TiOCl_2 připravený podle příkladu 1, o koncentraci 0,5 M Ti v 96 %-ním ethanolu a reakční směs se vaří pod zpětným chladičem za stálého míchání po dobu 6 hodin. Přitom dochází ke krystalizaci anatasových nanočástic o velikosti 5 nm a jejich precipitaci. Filtrací se získá bílý filtrační koláč obsahující nanočástice TiO_2 . Získaný filtrační koláč se suší za sníženého tlaku

150 mbar při teplotě 120 °C po dobu 2 hodin. Vzniklý redispergovatelný nanoprášek je lehce rozpustný ve vodě na čirou nanodisperzi.

Difrakcí rentgenového záření byla u produktu zjištěna krystalografická modifikace anatas, kde byla Debye-Sherrerovou aproximací stanovena střední velikost primárních nanočástic 5 nm (Obr. 1). Připravená 0,1 M vodná anatasová nanodisperze je ve viditelné oblasti světla v kyvetě o optické délce 1 mm absolutně transparentní (Obr. 2). Metodou dynamického rozptylu světla byla změřena distribuce velikostí částic ve vodě, přičemž byla zjištěna střední hodnota 10 nm (Obr. 3).

Příklad 3

Ve 200 ml odměrné baňce je do 98 ml absolutního ethanolu za stálého míchání odpipetováno 2 ml TiOCl_2 o koncentraci přibližně 5 M. Vznikne 0,1 M alkoholický roztok TiOCl_2 . Do roztoku je za stálého míchání přidáván po částech bezvodý octan sodný v takovém množství, aby konečná koncentrace octanu sodného v roztoku byla 0,4 M. V průběhu přidávání v systému spontánně vzniká slabá kyselina octová a jako vedlejší produkt se tvoří NaCl. V průběhu přidávání octanu sodného dochází k růstu pH systému na hodnotu 4 a při této hodnotě se přidávání zastaví. Disperze se 30 minut míchá a po zreagování se kapalná fáze odfiltruje. Filtrát obsahuje alkoholický roztok Ti a oddělená sůl zůstává oddělená ve formě filtračního koláče. Filtrát se za stálého míchání vaří pod zpětným chladičem po dobu 6 hodin. Přitom dochází ke krystalizaci anatasových nanočástic o velikosti 5 nm a jejich precipitaci. Filtrací se získá bílý filtrační koláč obsahující nanočástice TiO_2 . Získaný filtrační koláč se suší za sníženého tlaku 150 mbar při teplotě 120 °C po dobu 2 hodin. Vzniklý redispergovatelný nanoprášek je lehce rozpustný ve vodě na čirou nanodisperzi.

Difrakcí rentgenového záření byla u produktu zjištěna krystalografická modifikace anatas, kde byla Debye-Sherrerovou aproximací stanovena střední velikost primárních nanočástic 5 nm. Připravená 0,1 M vodná nanodisperze je ve viditelné oblasti světla absolutně transparentní.



Příklad 4

V 200 ml 96 %-ního ethanolu se rozpustí 50 g neopentyglykolu. Po rozpuštění se do roztoku přidá 200 ml 5 M TiOCl_2 . Vzorek se míchá 5 min. Následně se na laboratorní rotační vakuové odparce při 100 mbar, 120 °C a rychlosti 3 ot./min. odpaří 280 ml destilátu za vzniku transparentního gelu. Ke gelu se následně přidá 400 ml 96 %-ního ethanolu a za míchání se gel rozpustí za vzniku viskózní, nažloutlé, transparentní kapaliny s koncentrací cca 2,5 M TiO_2 .

Příklad 5

Disperze TiO_2 připravená podle příkladu 4 se naředí 96 %-ním ethanolom na koncentraci 1 M TiO_2 . Metodou máčení (dip-coating) se při rychlosti vytahování 5 $\text{cm}\cdot\text{min}^{-1}$ se na skleněných substrátech připraví tenké vrstvy. Substráty se následně žíhají v peci 30 minut při 450 °C. Optická absorpční spektra takto připravených vrstev jsou znázorněná na Obr. 4.

Průmyslové využití

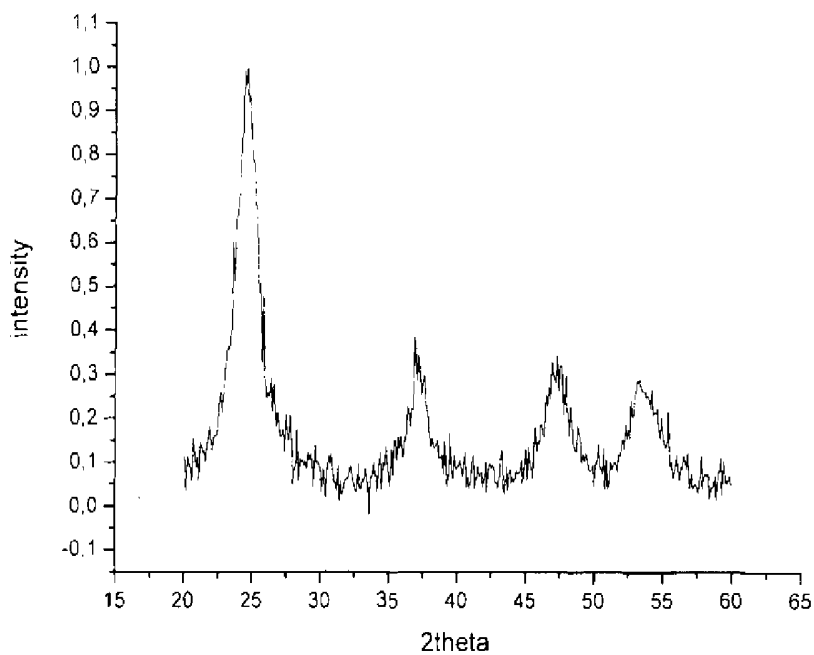
Disperze a prášky z nanočástic TiO_2 podle vynálezu jsou použitelné v řadě technických aplikací, zejména jako plnivo do transparentních nátěrových hmot nebo polymerů a při vytváření tenkých vrstev TiO_2 na skle, keramice a podobných substrátech, kde se požadují dokonalé optické vlastnosti.

PATENTOVÉ NÁROKY

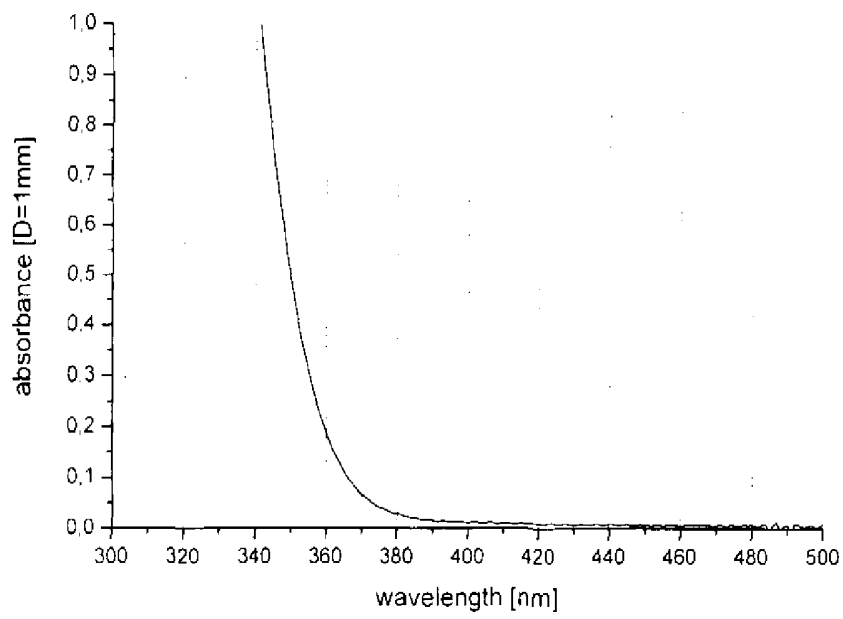
1. Způsob přípravy koncentrovaných nanodisperzí a redispergovatelných nanoprášků z oxidu titaničitého izolovaných odstředěním, filtrací nebo dekantací a sušením alkoholických roztoků TiOCl_2 , **vyznačený tím**, že 0,01 až 3 M roztok chloridů titanu z chloridového nebo sulfátového způsobu výroby TiO_2 , obsahující chlorovodík, oxychlorid titanu a chloridy titanu. (sumárně označené TiOCl_2) v alkoholu C_1 až C_{10} s 0,01 - 10 % hmot. vody, popřípadě s dalšími sloučeninami vybranými z polyalkoholů a solí organických kyselin C_2 až C_{18} v takové koncentraci, aby jejich molární poměr k titanu byl 0,01 až 20 a případného dopování kationtem kovu se vaří za vzniku disperze nanočástic TiO_2 o střední velikosti 4 až 20 nm, které se následně izolují alespoň jedním způsobem z vybraným ze skupiny: odpaření, dekantace, odstředění, filtrace, sušení.
2. Způsob přípravy koncentrovaných nanodisperzí podle nároku 1, **vyznačený tím**, že polyolem je s výhodou glykol, neopentylglykol, (2,2-dimethyl-1,3-propandiol), trimethylolpropan (2-ethyl-2-(hydroxymethyl)-1,3-propanediol).
3. Způsob přípravy koncentrovaných nanodisperzí podle nároku 1, **vyznačený tím**, že solí organické kyseliny C_2 až C_{18} je alespoň jedna sloučenina sodíku nebo draslíku, s výhodou octan sodný nebo octan draselný.
4. Způsob přípravy koncentrovaných nanodisperzí podle nároku 1, **vyznačený tím**, že dopujícím kationtem je alespoň jeden kation kovu vybraný ze skupiny periodické soustavy prvků I.a, I.b, II.a, II.b, III.a, III.b, IV.a, IV.b, Lanthanoidy, přičemž molární poměr kation/titan je 0,0001 až 0,1, s výhodou 0,001 až 0,01.
5. Způsob přípravy koncentrovaných nanodisperzí podle nároku 4, **vyznačený tím**, že kationtem je s výhodou alespoň jeden prvek ze

skupiny kovů: Li, Na, K, Ag, Hg, Cu, Be, Mg, Ca, Sr, Ba, Cd, Sn, Pb, Fe, Co, Zn, Ni, Al, Sc, Hf, Ti, Zr, Ce.

6. Způsob přípravy koncentrovaných nanodisperzí podle nároku 1 až 5, **vyznačený tím**, že izolované nanočástice TiO_2 se dispergují ve vodě za vzniku transparentních disperzí o koncentraci 0,001 až 0,5 M, s výhodou 0,01 až 0,1 M.
7. Použití disperze nanočástic TiO_2 ve směsi alespoň jednoho alkoholu $\text{C}_1 - \text{C}_3$ s polyoly k vytváření tenkých vrstev TiO_2 na substrátech.
8. Použití disperze nanočástic TiO_2 podle nároku 7, **vyznačené tím**, že nanočástice TiO_2 připravené tepelnou dekompozicí roztoku TiOCl_2 ve směsi 96 %-ního ethanolu s neopentylglykolem v hmotnostním poměru 3 : 1 až 10 : 1 a koncentraci 0,01 až 3 M se při teplotě 80 až 120 °C izolují a znovu dispergují v alkoholu $\text{C}_1 - \text{C}_3$ na 1 M roztok, který se použije k nanášení na substráty, jež se následně žihají při teplotách od 150 do 450 °C.
9. Použití disperze nanočástic TiO_2 podle nároku 8, **vyznačené tím**, že alkoholem $\text{C}_1 - \text{C}_3$ je alespoň jeden alkohol ze skupiny: methanol, ethanol, propanol, isopropanol.

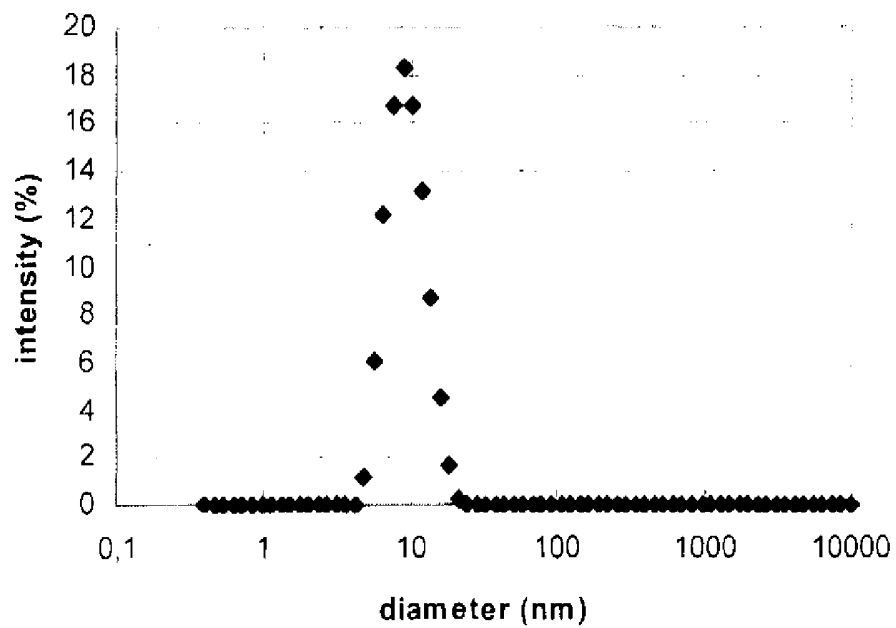


Obr. 1 X-Ray difraktogram redispergovatelného prášku nano-TiO₂, identifikována struktura anatas. Střední velikost primárních nanočástic 5 nm (Stanoveno z Debye-Sherrerovy aproximace včetně korekce přístrojového rozšíření).



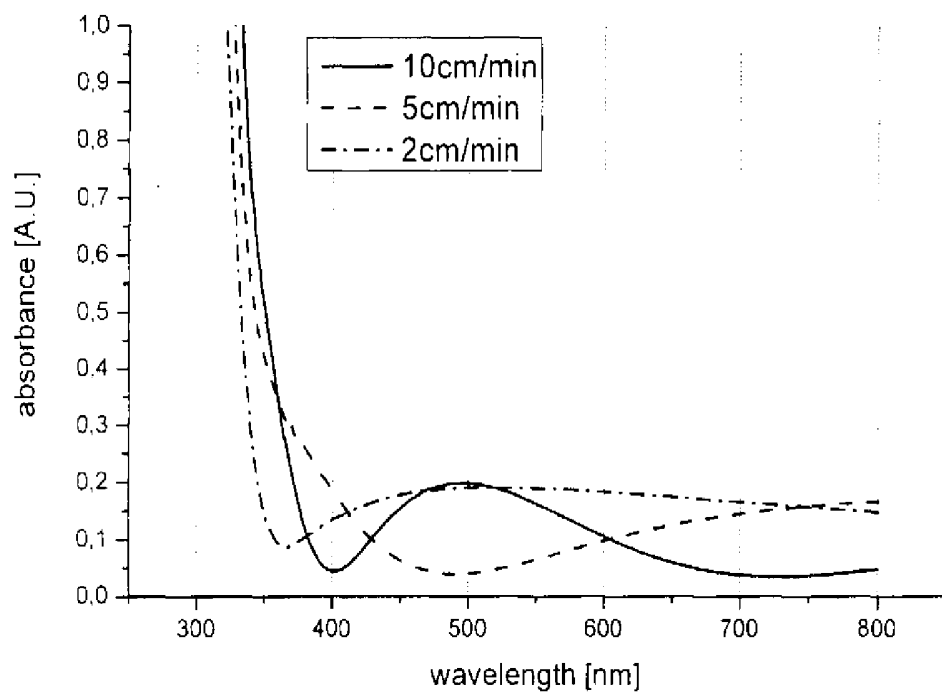
Obr. 2 Optické absorpční spektrum nano-TiO₂, struktura anatas, c = 0,1 M TiO₂, optická délka kyvety 1 mm.

3/4



Obr. 3 · Distribuce rozdělení velikostí anatasových nanočástic po rozpuštění nanoprášku ve vodě (0,1 M TiO₂) získaná laserovou granulometrií.

4/4



Obr. 4 Optická spektra tenkých vrstev na skleněných substrátech připravených rychlostí vytahování 2, 5 a 10 cm/min a spékány 30 min. při 450 °C.