



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106946294 A

(43)申请公布日 2017.07.14

(21)申请号 201710231290.4

(22)申请日 2017.04.11

(71)申请人 深圳市佩成科技有限责任公司

地址 518000 广东省深圳市南山区南头街
道南山大道3128号中山苑5-602

(72)发明人 钟玲珑

(51)Int.Cl.

C01G 49/06(2006.01)

H01M 4/525(2010.01)

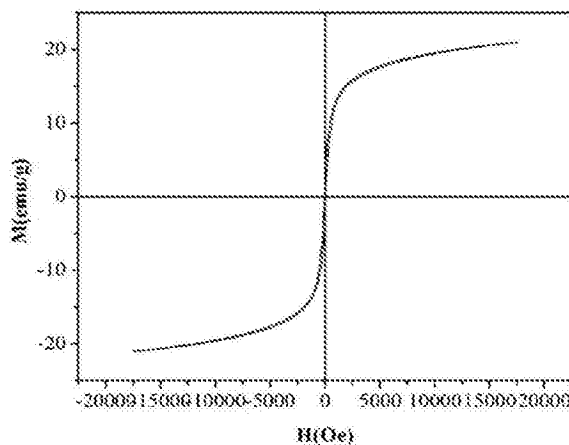
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

基于水热合成进行中空结构 Fe_2O_3 制备的方法

(57)摘要

本发明提供了一种基于水热合成进行中空结构 Fe_2O_3 制备的方法,包括称取 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和尿素,取乙二醇,倒入盛有 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和尿素的容器中,加入磁转子,固定于磁力搅拌器上,搅拌使 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和尿素完全溶解;将混合溶液转移到反应釜内,在干燥箱中反应;反应结束后待反应釜自然冷却,把所得沉淀离心出来,用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤;将洗好的沉淀干燥,得到黄绿色的产物为 FeOOH ;将产物升温,然后自然冷却,得到干燥松散的红色产物为 Fe_2O_3 。本发明作为锂离子电池的负极材料,具有较高的容量和非常好的循环性能,有着较强的磁性,可在磁性药物载体、微反应器等方面有很好的应用前景。



1. 一种基于水热合成进行中空结构 Fe_2O_3 制备的方法,其特征在于:所述制备方法包括以下步骤:

步骤一、称取 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和尿素,取乙二醇,倒入盛有 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和尿素的容器中,加入磁转子,固定于磁力搅拌器上,搅拌使 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和尿素完全溶解;

步骤二、将混合溶液转移到反应釜内,在干燥箱中反应;

步骤三、反应结束后待反应釜自然冷却,把所得沉淀离心出来,用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤;

步骤四、将洗好的沉淀干燥,得到黄绿色的产物为 FeOOH ;

步骤五、将产物升温,然后自然冷却,得到干燥松散的红色产物为 Fe_2O_3 。

2. 如权利要求1所述的基于水热合成进行中空结构 Fe_2O_3 制备的方法,其特征在于:所述步骤三反应结束后待反应釜自然冷却到室温,把所得沉淀离心出来,用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤,以除去未反应完的试剂。

基于水热合成进行中空结构 Fe_2O_3 制备的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种基于水热合成进行中空结构 Fe_2O_3 制备的方法,属于中空结构纳米材料制备领域。

[0002]

背景技术

[0003] 中空结构纳米材料在许多现有和新兴的科技领域内,产生了巨大的吸引力。由于中空结构具有更大的比表面积和更多的表面原子,因此中空纳米材料表现出与体材料及实心颗粒纳米材料不同的性能,如特殊的表面能、光学、磁学、催化等性能,近年来越来越引起人们的广泛关注。中空结构纳米材料在催化剂、药物缓释胶囊、人造细胞、电池材料等方面的应用已经有重大突破。利用其内部的空间,纳米空心结构被用作储存并可控释放功能性物质,如药物、化妆品、DNA等。类似的,中空结构内部的空间可以用来调整催化剂的折射率、密度和活性,增加催化剂可以重复使用的次数等。在1998年之前,大部分的中空结构都局限于球形,而且是微米尺寸。一般是用喷涂(spray-drying)或者鼓气(gas-blowing)的方法制备得到。而如今,很多合成方法被研究使用,而且尺寸、形状、结构都可以控制,因此更多更丰富的空心结构已经被成功的制备出来,这大大的开阔了空心结构纳米材料的研究范围并为其应用打下了很好的基础。而空心结构的 Fe_2O_3 纳米材料由于其优良的性能,一直是科学研究的重点,被广泛应用于催化剂、颜料、气敏材料、锂离子电池等方面。鉴于其潜在的应用价值,各种结构的 Fe_2O_3 纳米材料已经被制备出来,如纳米管、空心球、杯状结构、中空纺锤体状结构、中空核壳结构等。

[0004] 目前现有技术中的制备方法都不能够很好地制备获得相应的中空结构的 Fe_2O_3 材料,制备的效率低、材料使用率不高。

[0005]

发明内容

[0006] 鉴于上述现有技术的不足之处,本发明的目的在于提供一种基于水热合成进行中空结构 Fe_2O_3 制备的方法。

[0007] 本发明的目的是为了克服传统制备方法制备的材料不足,提供了一种基于水热合成进行中空结构 Fe_2O_3 制备的方法。为了达到上述目的,本发明采取了以下技术方案:

本发明提供了一种基于水热合成进行中空结构 Fe_2O_3 制备的方法,包括以下步骤:

步骤一、称取 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和尿素,取乙二醇,倒入盛有 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和尿素的容器中,加入磁转子,固定于磁力搅拌器上,搅拌使 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和尿素完全溶解;

步骤二、将混合溶液转移到反应釜内,在干燥箱中反应15小时;

步骤三、反应结束后待反应釜自然冷却,把所得沉淀离心出来,用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤;

步骤四、将洗好的沉淀干燥,得到黄绿色的产物为 FeOOH ;

步骤五、将产物升温至300°C,然后自然冷却,得到干燥松散的红色产物为Fe₂O₃。

[0008] 优选的,上述步骤一中FeCl₃·6H₂O为0.135 g,尿素为0.08 g,乙二醇为25ml。

[0009] 优选的,上述步骤二中的反应釜为50ml,盛有溶液的反应釜在160°C的干燥箱中反应15小时。

[0010] 优选的,上述步骤三反应结束后待反应釜自然冷却到室温,把所得沉淀离心出来,用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤,以除去未反应完的试剂。

[0011] 优选的,上述步骤四将洗好的沉淀在60°C下真空干燥8h。

[0012] 优选的,上述步骤五升温至300°C保温2小时,然后自然冷却到室温。

[0013] 本发明提供的基于水热合成进行中空结构Fe₂O₃制备的方法,制备出的中空结构Fe₂O₃,具有磁性的多孔结构的空心球,作为锂离子电池的负极材料,具有较高的容量和非常好的循环性能,有着较强的磁性,可在磁性药物载体、微反应器等方面有很好的应用前景。

[0014]

附图说明

[0015] 图1为本发明制备的Fe₂O₃室温磁滞回线示意图;

图2为本发明制备的中空结构α-Fe₂O₃在电流密度为100mA·g⁻¹下的前三个循环的电压-容量曲线图。

[0016]

具体实施方式

[0017] 本发明提供一种基于水热合成进行中空结构Fe₂O₃制备的方法,为使本发明的目的、技术方案及效果更加清楚、明确,以下参照附图并举实施例对本发明进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

[0018] 本实施例提供的基于水热合成进行中空结构Fe₂O₃制备的方法,具体包括以下步骤:

首先称取分别0.135 g FeCl₃·6H₂O 和0.08 g 尿素,加入烧杯中,用量筒取25ml乙二醇,倒入盛有FeCl₃·6H₂O 和尿素的烧杯中,将烧杯内加入磁转子,固定于磁力搅拌器上,在常温下搅拌使FeCl₃·6H₂O和尿素完全溶解。将混合溶液转移到50ml的反应釜内。盛有溶液的反应釜在160°C的干燥箱中反应15小时。反应结束后待反应釜自然冷却到室温,把所得沉淀离心出来,用无水乙醇和蒸馏水反复洗涤,以除去未反应完的试剂。将洗好的沉淀在60°C下真空干燥8h,得到黄绿色的产物为FeOOH。将产物然后放入马弗炉,升温至300°C保温2小时,然后自然冷却到室温,最后得到干燥松散的红色产物为Fe₂O₃。

[0019] 通过实验,可以发现产物是有微球组成的。这些微球大小比较均匀,尺寸约在3-5μm。这些微球是由纳米片组成的,从破损的结构中可以得到,这些结构是中空的。经过高温烧结得到的Fe₂O₃。经过高温烧结的样品,形貌并没有变化。这说明样品有比较好的热稳定性。

[0020] 用扫描电镜(SEM)对所制备的样品进行了形貌和微结构的分析,结构是由纳米片组成的花状结构,其大小约为5 μm。这时反应体系的压力增大,纳米片比较大,且没有空心结构。当温度达到200°C,已超过乙二醇的沸点,此时反应体系的粘度降低,纳米片难聚集成球。适当改变FeCl₃·6H₂O和尿素的比,反应温度不变,把反应时间缩短到8h。得到的仍是

纳米片组成的空心纳米球,但相比样品1,产物尺寸变小,其尺寸约在2-3 μm 。

[0021] 如图1所示,是所制备的 Fe_2O_3 室温磁滞回线图。如图所示, Fe_2O_3 表现出典型的软铁磁性,其矫顽力和剩余磁化强度分别是51.047 Oe和20.985 emu/g。这种氧化铁是有由纳米片组成的,导致了中空结构的多孔结构,这种磁性的多孔结构的空心球,可在磁性药物载体、微反应器等方面有很好的应用前景。

[0022] 如图2所示,为 Fe_2O_3 在电流密度为 $100 \text{ mA} \cdot \text{g}^{-1}$ 下的前三个循环的电压-比容量曲线图,从图中可以看出,首次循环在0.85 V附近有放电平台,首次放电容量高达 $1550.2 \text{ mAh} \cdot \text{g}^{-1}$,在之后的两个放电循环,容量分别为 $479.9 \text{ mAh} \cdot \text{g}^{-1}$ 和 $293.8 \text{ mAh} \cdot \text{g}^{-1}$,相当于首次放电容量的40%和19%。由此可以看出 Fe_2O_3 电极材料容量衰减比较严重,不可逆损失较大。主要是因为是在装配电池及封口过程中,不能完全控制在无氧环境下,造成其可逆性比较差。另外还有三方面原因:一是因为氧化铁材料本身导电性差,本征电阻较大,不利于电子迁移。二是因为电解液的分解,形成了一层有机膜沉积在颗粒表面,也就是所谓的SEI钝化膜,三可能是首次循环中少量的锂离子嵌入晶格内所导致。

[0023] 本发明提供的基于水热合成进行中空结构 Fe_2O_3 制备的方法,制备出的中空结构 Fe_2O_3 ,具有磁性的多孔结构的空心球,作为锂离子电池的负极材料,具有较高的容量和非常好的循环性能,有着较强的磁性,可在磁性药物载体、微反应器等方面有很好的应用前景。

[0024]

可以理解的是,对本领域普通技术人员来说,可以根据本发明的技术方案及其发明构思加以等同替换或改变,而所有这些改变或替换都应属于本发明所附的权利要求的保护范围。

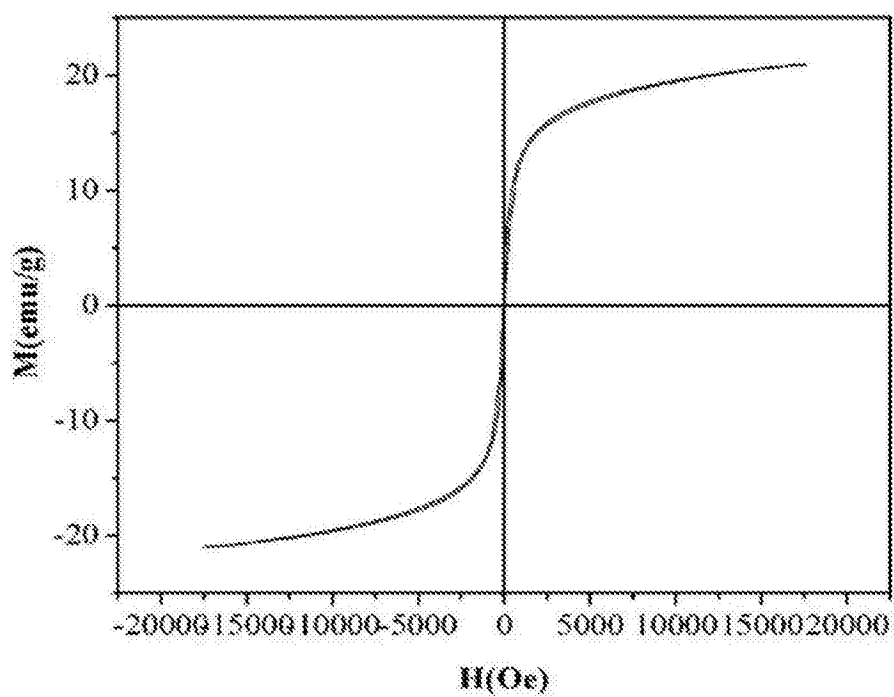


图1

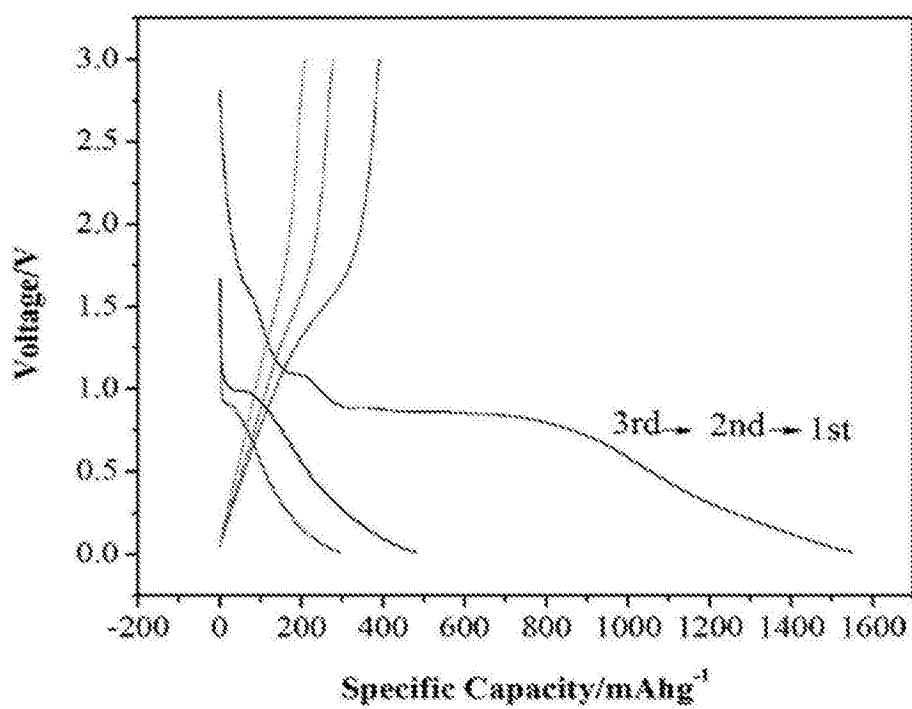


图2