



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103145175 A

(43) 申请公布日 2013.06.12

(21) 申请号 201310082222.8

(22) 申请日 2013.03.14

(71) 申请人 西安交通大学

地址 710049 陕西省西安市咸宁路 28 号

(72) 发明人 孙少东 杨志懋 张晓哲 宋晓平
孔春才

(74) 专利代理机构 西安智大知识产权代理事务
所 61215

代理人 何会侠

(51) Int. Cl.

C01G 9/02 (2006.01)

B82Y 30/00 (2011.01)

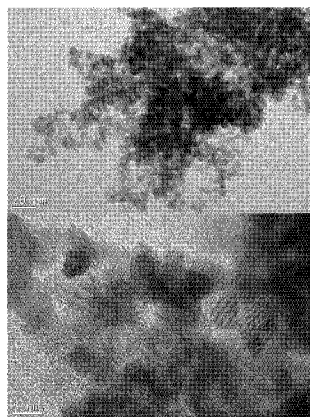
权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54) 发明名称

一种小尺寸纳米氧化锌粉末的制备方法

(57) 摘要

一种小尺寸纳米氧化锌粉末的制备方法,1、利用无水乙醇作溶剂配制二价锌盐的乙醇溶液,记作溶液A;2、利用无水乙醇作溶剂配制NaOH的乙醇溶液,记作溶液B;3、将配置的溶液B逐滴加入到溶液A中,加入的过程中始终保持磁力搅拌,并加热到保温,得到含有氧化锌沉淀的固液混合物;4、将得到的含有氧化锌沉淀的固液混合物分别用去离子水和无水乙醇离心洗涤,然后将离心洗涤后的产物干燥,得到纳米氧化锌粉末;本发明制备方法成本低廉、工序简单且能够制备出尺寸小于10nm的纳米氧化锌粉末,使纳米氧化锌粉末的比表面积增大,具有优异的表面效应、小尺寸效应和宏观量子隧道效应。



1. 一种小尺寸纳米氧化锌粉末的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:

步骤 1:配制二价锌盐的无水乙醇溶液:利用无水乙醇作溶剂配制二价锌盐的乙醇溶液,使其摩尔浓度为 $0.0001\text{mol/L} \sim 1.0\text{mol/L}$,并将二价锌盐溶液磁力搅拌加热到 $65^{\circ}\text{C} \sim 78^{\circ}\text{C}$ 并保温 $1 \sim 10$ 分钟,记作溶液 A;

步骤 2:配制 NaOH 的无水乙醇溶液:利用无水乙醇作溶剂配制 NaOH 的乙醇溶液,使得 NaOH 的摩尔浓度为 $0.001\text{mol/L} \sim 1.0\text{mol/L}$,同时使 NaOH 与二价锌盐的摩尔比为 $50:1 \sim 1:1$,记作溶液 B;

步骤 3:将步骤 2 所配置的溶液 B 逐滴加入到溶液 A 中,加入的过程中始终保持磁力搅拌,并加热到 $65^{\circ}\text{C} \sim 78^{\circ}\text{C}$ 下保温 $0.01\text{h} \sim 1\text{h}$,得到含有氧化锌沉淀的固液混合物;

步骤 4:将步骤 3 得到的含有氧化锌沉淀的固液混合物分别用去离子水和无水乙醇离心洗涤 3 次 \sim 5 次,然后将离心洗涤后的产物在 $50^{\circ}\text{C} \sim 80^{\circ}\text{C}$ 下干燥 $1\text{h} \sim 12\text{h}$,得到纳米氧化锌粉末。

2. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于:步骤 1 所述的二价锌盐为硝酸锌、醋酸锌、硫酸锌或氯化锌。

一种小尺寸纳米氧化锌粉末的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种氧化锌粉末的制备方法,具体涉及一种小尺寸纳米氧化锌粉末的制备方法。

背景技术

[0002] 目前的大量研究表明:材料的性能与其微观结构单元的尺寸密切相关。由于氧化锌(ZnO)的比表面积随其晶粒尺寸的减小而急剧增加,使得纳米氧化锌产生了其本体块状物质所不具备的特殊效应,如表面效应、小尺寸效应和宏观量子隧道效应等。所以,纳米氧化锌在太阳能电池、电子器件、纳米器件、催化剂、传感器、抗菌和除臭等方面具有一般体块氧化锌所无法比拟的特殊性能。因此,制备尺寸均匀、单分散性良好、且具有纳米尺度的氧化锌粉末已经成为科研工作者的一项重大挑战。然而,目前尚少见文献有关尺寸小于10nm的纳米氧化锌粉末的研究报道。

发明内容

[0003] 为解决上述现有技术中存在的问题,本发明的目的在于提供一种小尺寸纳米氧化锌粉末的制备方法,本发明制备方法成本低廉、工序简单且能够制备出尺寸小于10nm的纳米氧化锌粉末,使纳米氧化锌粉末的比表面积增大,具有优异的表面效应、小尺寸效应和宏观量子隧道效应。

[0004] 为达到上述目的,本发明所采用的技术方案是:

[0005] 一种小尺寸纳米氧化锌粉末的制备方法,包括如下步骤:

[0006] 步骤1:配制二价锌盐的无水乙醇溶液:利用无水乙醇作溶剂配制二价锌盐的乙醇溶液,使其摩尔浓度为 $0.0001\text{mol/L} \sim 1.0\text{mol/L}$,并将二价锌盐溶液磁力搅拌加热到 $65 \sim 78^\circ\text{C}$ 并保温 $1 \sim 10$ 分钟,记作溶液A;

[0007] 步骤2:配制NaOH的无水乙醇溶液:利用无水乙醇作溶剂配制NaOH的乙醇溶液,使得NaOH的摩尔浓度为 $0.001\text{mol/L} \sim 1.0\text{mol/L}$,同时使NaOH与二价锌盐的摩尔比为 $50:1 \sim 1:1$,记作溶液B;

[0008] 步骤3:将步骤2所配置的溶液B逐滴加入到溶液A中,加入的过程中始终保持磁力搅拌,并加热到 $65^\circ\text{C} \sim 78^\circ\text{C}$ 下保温 $0.01\text{h} \sim 1\text{h}$,得到含有氧化锌沉淀的固液混合物;

[0009] 步骤4:将步骤3得到的含有氧化锌沉淀的固液混合物分别用去离子水和无水乙醇离心洗涤3次 ~ 5 次,然后将离心洗涤后的产物在 $50^\circ\text{C} \sim 80^\circ\text{C}$ 下干燥 $1\text{h} \sim 12\text{h}$,得到纳米氧化锌粉末。

[0010] 步骤1所述的二价锌盐为硝酸锌、醋酸锌、硫酸锌或氯化锌。

[0011] 本发明采用一种低成本的、可控性和可操作性良好的液相合成法,通过对锌盐种类、反应物浓度、反应温度和反应时间的调控,能够制备出产量高且尺寸均匀的纳米氧化锌粉末。所获得的纳米氧化锌粉末是尺寸小于10nm,使纳米氧化锌粉末的比表面积增大,具有优异的表面效应、小尺寸效应和宏观量子隧道效应。

附图说明

[0012] 图 1 为实施例一制备的纳米氧化锌粉末的透射电子显微照片。

[0013] 图 2 为实施例二制备的纳米氧化锌粉末的透射电子显微照片。

具体实施方式

[0014] 下面对本发明的结构作进一步详细说明。

[0015] 实施例 1

[0016] 实施例一

[0017] 本实施例一种小尺寸纳米氧化锌粉末的制备方法,包括如下步骤:

[0018] 步骤 1:将 0.0357g 硝酸锌与 30ml 无水乙醇配制成溶液,并将硝酸锌乙醇溶液磁力搅拌加热到 75℃并保温 10 分钟,记作溶液 A,磁力搅拌的速度为 4000 转/分钟;

[0019] 步骤 2:将 0.024g 氢氧化钠与 30mL 无水乙醇配制成溶液,记作溶液 B;

[0020] 步骤 3:将溶液 B 逐滴加入到溶液 A 中,此过程保持磁力搅拌加热到 75℃,磁力搅拌的速度为 4000 转/分钟,并保温 0.5h,得到含有氧化锌沉淀的固液混合物;

[0021] 步骤 4:将步骤 3 得到的含有氧化锌沉淀的固液混合物分别用去离子水和无水乙醇离心洗涤 3 次,然后将离心洗涤后的氧化锌产物在 60℃下干燥 6h。

[0022] 本实施例可以得到如图 1 所示的尺寸小于 10nm 的纳米氧化锌粉末,且粒径平均值为 6.6nm。

[0023] 实施例二

[0024] 本实施例一种小尺寸纳米氧化锌粉末的制备方法,包括如下步骤:

[0025] 步骤 1:将 0.357g 硝酸锌与 30ml 无水乙醇配制成溶液,并将硝酸锌乙醇溶液磁力搅拌加热到 75℃并保温 5 分钟,记作溶液 A,磁力搅拌的速度为 3000 转/分钟;

[0026] 步骤 2:将 0.24g 氢氧化钠与 90mL 无水乙醇配制成溶液,记作溶液 B;

[0027] 步骤 3:将溶液 B 逐滴加入到溶液 A 中,此过程保持磁力搅拌加热到 75℃,磁力搅拌的速度为 3000 转/分钟,并保温 0.5h,得到含有氧化锌沉淀的固液混合物;

[0028] 步骤 4:将步骤 3 得到的含有氧化锌沉淀的固液混合物分别用去离子水和无水乙醇离心洗涤 3 次,然后将离心洗涤后的氧化锌产物在 60℃下干燥 5h。

[0029] 本实施例可以得到如图 2 所示的尺寸小于 10nm 的纳米氧化锌粉末,且其粒径平均值为 8.0nm。

[0030] 实施例三

[0031] 本实施例一种小尺寸纳米氧化锌粉末的制备方法,包括如下步骤:

[0032] 步骤 1:将 0.346g 硫酸锌与 30ml 无水乙醇配制成溶液,并将硫酸锌乙醇溶液磁力搅拌加热到 75℃并保温 7 分钟,记作溶液 A,磁力搅拌的速度为 3000 转/分钟;

[0033] 步骤 2:将 0.24g 氢氧化钠与 90mL 无水乙醇配制成溶液,记作溶液 B;

[0034] 步骤 3:将溶液 B 逐滴加入到溶液 A 中,此过程保持磁力搅拌加热到 75℃,磁力搅拌的速度为 3000 转/分钟,并保温 0.4h,得到含有氧化锌沉淀的固液混合物;

[0035] 步骤 4:将步骤 3 得到的含有氧化锌沉淀的固液混合物分别用去离子水和无水乙醇离心洗涤 4 次,然后将离心洗涤后的氧化锌产物在 70℃下干燥 3h。

[0036] 实施例四

[0037] 本实施例一种小尺寸纳米氧化锌粉末的制备方法,包括如下步骤:

[0038] 步骤 1:将 0.15g 氯化锌与 30ml 无水乙醇配制成溶液,并将氯化锌乙醇溶液磁力搅拌加热到 78℃并保温 5 分钟,记作溶液 A,磁力搅拌的速度为 2500 转/分钟;

[0039] 步骤 2:将 0.24g 氢氧化钠与 90mL 无水乙醇配制成溶液,记作溶液 B;

[0040] 步骤 3:将溶液 B 逐滴加入到溶液 A 中,此过程保持磁力搅拌加热到 77℃,磁力搅拌的速度为 2500 转/分钟,并保温 0.01h,得到含有氧化锌沉淀的固液混合物;

[0041] 步骤 4:将步骤 3 得到的含有氧化锌沉淀的固液混合物分别用去离子水和无水乙醇离心洗涤 4 次,然后将离心洗涤后的氧化锌产物在 50℃下干燥 12h。

[0042] 实施例五

[0043] 本实施例一种小尺寸纳米氧化锌粉末的制备方法,包括如下步骤:

[0044] 步骤 1:将 0.20g 醋酸锌与 30ml 无水乙醇配制成溶液,并将醋酸锌乙醇溶液磁力搅拌加热到 65℃并保温 1 分钟,记作溶液 A,磁力搅拌的速度为 3000 转/分钟;

[0045] 步骤 2:将 0.24g 氢氧化钠与 60mL 无水乙醇配制成溶液,记作溶液 B;

[0046] 步骤 3:将溶液 B 逐滴加入到溶液 A 中,此过程保持磁力搅拌加热到 65℃,磁力搅拌的速度为 3000 转/分钟,并保温 1h,得到含有氧化锌沉淀的固液混合物;

[0047] 步骤 4:将步骤 3 得到的含有氧化锌沉淀的固液混合物分别用去离子水和无水乙醇离心洗涤 5 次,然后将离心洗涤后的氧化锌产物在 80℃下干燥 1h。

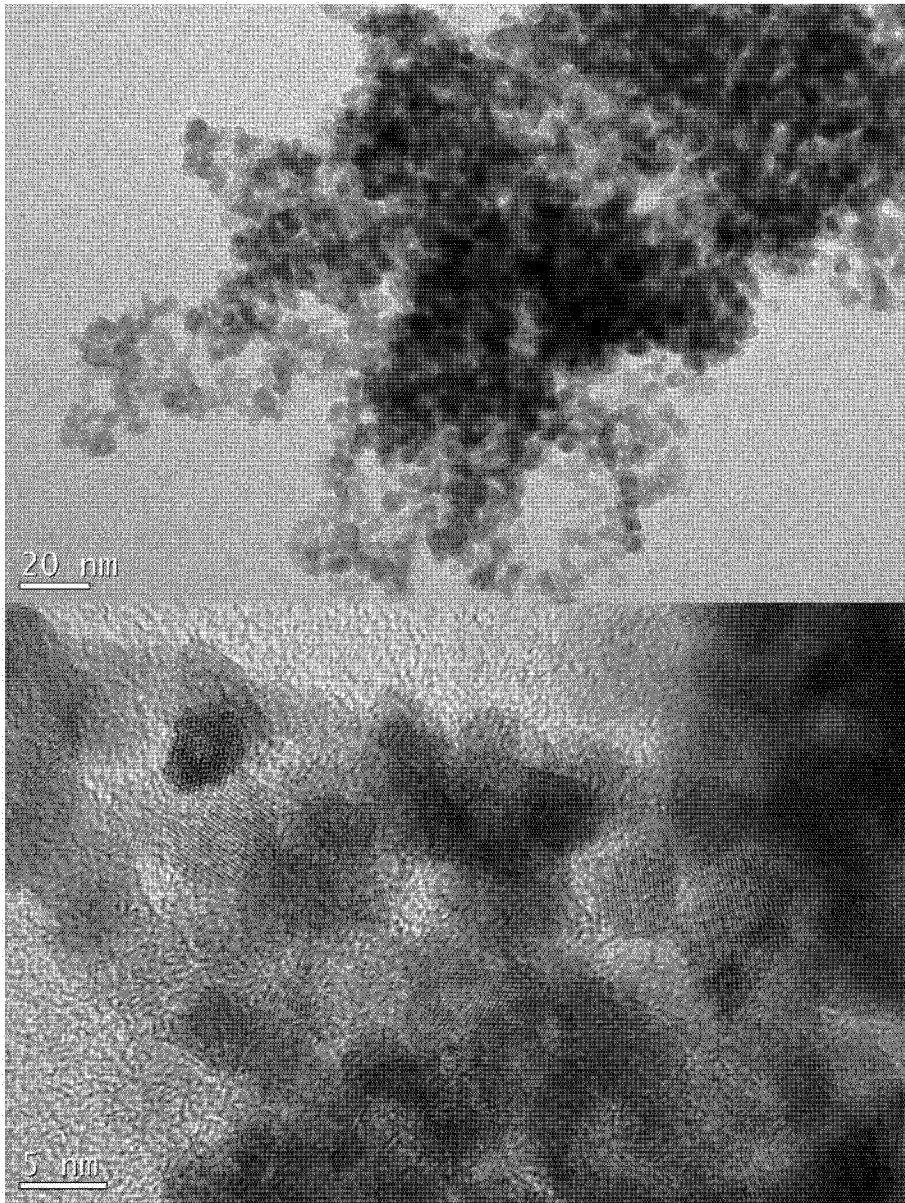


图 1

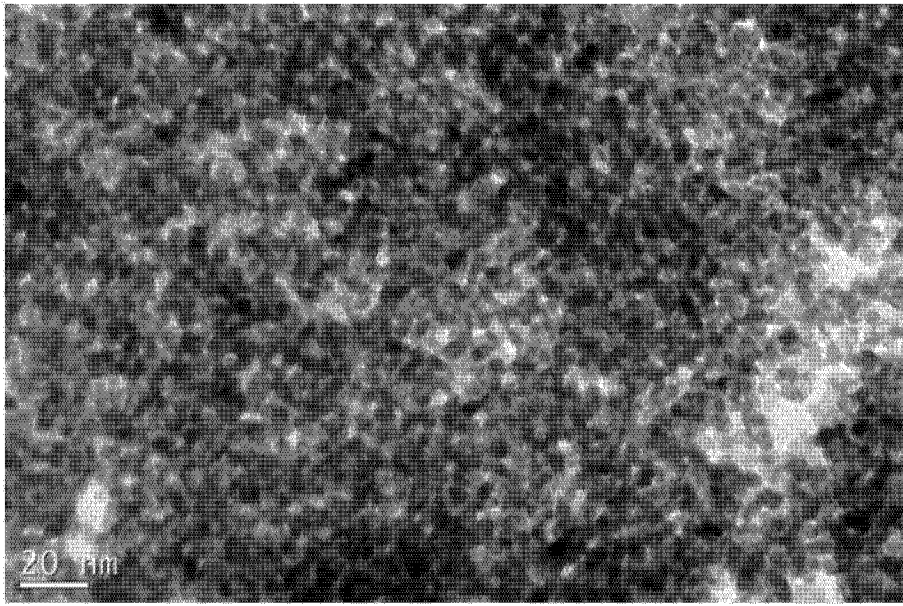


图 2