

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C01B 31/36 (2006.01)
B82B 3/00 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200610151079.3

[45] 授权公告日 2009年3月11日

[11] 授权公告号 CN 100467373C

[22] 申请日 2006.11.29

[21] 申请号 200610151079.3

[73] 专利权人 哈尔滨工业大学

地址 150001 黑龙江省哈尔滨市南岗区西
大直街92号

[72] 发明人 温广武 张晓东

[56] 参考文献

CN 1569626A 2006.1.26

CN 1724351A 2006.1.25

一种碳化硅纳米线的合成方法. 陈静. 淮
阴工学院学报, 第15卷第3期. 2006

审查员 穆森昌

[74] 专利代理机构 哈尔滨市松花江专利商标事务
所
代理人 单军

权利要求书1页 说明书4页

[54] 发明名称

一种制备超长 SiC 纳米纤维的方法

[57] 摘要

一种制备超长 SiC 纳米纤维的方法, 它涉及一种纳米纤维的制备方法。为了解决原有 SiC 纳米纤维的制备方法存在产物不纯、产率小、需要催化剂、纳米纤维粗细不均和产物长度只能达到微米量级的问题。本发明通过以下步骤实现: (一) 取含碳的 SiO₂ 凝胶粉末放入石墨坩埚中; (二) 将坩埚放入气氛烧结炉中并抽真空; (三) 向气氛烧结炉中充入氩气使炉内氩气压强达到 0.1 ~ 2.0 MPa; (四) 加热并保持温度; (五) 随炉冷却至室温, 得到超长 SiC 纳米纤维。本发明制备的 SiC 纳米纤维纯度高, 为单晶相, 纳米线粗细均匀, 直径分布在 30 ~ 300 纳米之间, 以 50 ~ 150 纳米为主, 长度达到毫米数量级。

1、一种制备超长 SiC 纳米纤维的方法，其特征在于该方法通过以下步骤实现：（一）取含碳量质量 10~60%的 SiO₂ 凝胶粉末放入石墨坩埚中；（二）将坩埚放入气氛烧结炉中，抽真空，使气氛烧结炉的真空度至 1Pa 以下；（三）向气氛烧结炉内充入氩气，使炉内气体压强达到 0.1~2.0MPa；（四）气氛烧结炉以 5~30°C/min 的升温速度进行加热，使烧结温度达到 1400~1900°C 之间并保持温度 5~240min；（五）随炉冷却至室温，得到超长 SiC 纳米纤维。

2、根据权利要求 1 所述的一种制备超长 SiC 纳米纤维的方法，其特征在于步骤（一）中取含碳质量 30%的 SiO₂ 凝胶粉末放入石墨坩埚中。

3、根据权利要求 1 所述的一种制备超长 SiC 纳米纤维的方法，其特征在于步骤（三）中向气氛烧结炉内充入氩气，使炉内气体压强达到 0.5Mpa。

4、根据权利要求 1 所述的一种制备超长 SiC 纳米纤维的方法，其特征在于步骤（三）中向气氛烧结炉内充入氩气，使炉内气体压强达到 1.0MPa。

5、根据权利要求 1 所述的一种制备超长 SiC 纳米纤维的方法，其特征在于步骤（三）中向气氛烧结炉内充入氩气，使炉内气体压强达到 1.5Mpa。

6、根据权利要求 1 所述的一种制备超长 SiC 纳米纤维的方法，其特征在于步骤（四）中气氛烧结炉以 10°C/min 的升温速度进行加热。

7、根据权利要求 1 所述的一种制备超长 SiC 纳米纤维的方法，其特征在于步骤（四）中气氛烧结炉以 20°C/min 的升温速度进行加热。

8、根据权利要求 1 所述的一种制备超长 SiC 纳米纤维的方法，其特征在于步骤（四）中使烧结温度达到 1600°C。

9、根据权利要求 1 所述的一种制备超长 SiC 纳米纤维的方法，其特征在于步骤（四）中使烧结温度达到 1800°C。

10、根据权利要求 1 所述的一种制备超长 SiC 纳米纤维的方法，其特征在于步骤（四）中保持温度 1 小时。

一种制备超长 SiC 纳米纤维的方法

技术领域

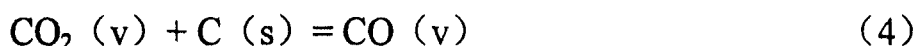
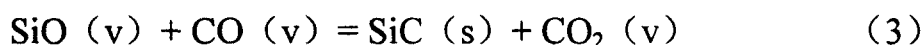
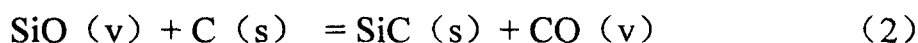
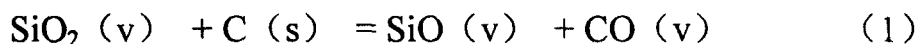
本发明涉及一种纳米纤维的制备方法。

背景技术

在 SiC 纳米线的诸多制备方法, 化学气相沉积 (CVD) 是广为采用的一种方法, 在纳米线的生长过程中不仅需要引流的载体 (如氢气等还原性气体) 和催化剂的存在, 同时还很难得到尺寸较大的纳米纤维, 得到的 SiC 纳米线一般只能达到几十微米。究其原因, 在纳米线的生长过程中 SiO 分子和 CO 分子会被气流带走, 不能及时在纳米线优先生长方向上予以补给, 这样也就使得纳米线在生长过程中产生很多缺陷、粗细不均一、产量低等不足, 当然也就很难制备出很长的纳米纤维。

发明内容

本发明是为了解决原有 SiC 纳米纤维的制备方法存在产物不纯、需要催化剂、纳米纤维粗细不均和产物长度最长只能达到几百微米的问题。一种制备超长 SiC 纳米纤维的方法通过以下步骤实现: (一) 取含碳量质量 10~60% 的 SiO₂ 凝胶粉末放入石墨坩埚中; (二) 将坩埚放入气氛烧结炉中, 抽真空, 使气氛烧结炉的真空度至 1Pa 以下; (三) 向气氛烧结炉内充入氩气, 使炉内气体压强达到 0.1~2.0MPa; (四) 气氛烧结炉以 5~30°C/min 的升温速度进行加热, 使烧结温度达到 1400~1900°C 之间并保持温度 5~240min; (五) 随炉冷却至室温, 得到超长 SiC 纳米纤维。以含碳的二氧化硅为原料, 利用气相反应制备 SiC 纳米线得主要反应如下, 其中 v 代表气态, s 代表固态。



在上述反应中, (2) 和 (3) 都能生成 SiC, 但所起的作用并不一样, (2) 主要提供 SiC 的早期形核, 而纳米线的生长主要由反应 (3) 控制。早期, 由

于 CO 分子生成量很少，与 SiO 分子接触发生反应的几率很低，故反应 (2) 占主导。随着反应进一步进行，SiO 和 CO 分子增多，碰撞的机会增多，反应 (3) 便占据了主导地位。与反应 (2) 相比，反应 (3) 中的反应物都是气体，因此更容易发生，可以在 SiC 优先生长方向上不断提供反应物，确保反应继续进行，所以反应 (3) 在纳米线生长过程中起到了决定性作用。为此，气氛环境对于纳米线的生长起到至关重要的作用，特别是 SiO 分子和 CO 分子的浓度，能否在 SiC 生长方向上予以及时的补给会直接影响到纳米线的尺寸和微观结构。有学者利用含碳的二氧化硅在高温炉内也烧结制备 SiC 纳米线，在烧结过程中也使用惰性气体或惰性气体流作为保护，但仅是为了防止空气中氧气介入，炉体内为压强低于一个标准大气压的惰性气体或类似于气相沉积中载流气体般的惰性气流，未能有效地使反应物 SiO 分子和 CO 分子的浓度增大，故制备的 SiC 纳米线最大也只能达到几百微米。本发明制备 SiC 纳米纤维的方法通过对炉内气体压强的调整使反应物 SiO 分子和 CO 分子的浓度增大，使产物纯度高，为单晶相，纳米线粗细均匀，直径分布在 30~300 纳米之间，以 50~150 纳米为主，长度达到毫米数量级。

具体实施方式

具体实施方式一：本实施方式通过以下步骤实现：（一）取含碳量质量 10~60% 的 SiO₂ 凝胶粉末放入石墨坩埚中；（二）将坩埚放入气氛烧结炉中，抽真空，使气氛烧结炉的真空度至 1Pa 以下；（三）向气氛烧结炉内充入氩气，使炉内气体压强达到 0.1~2.0MPa；（四）气氛烧结炉以 5~30℃/min 的升温速度进行加热，使烧结温度达到 1400~1900℃ 之间并保持温度 5~240min；（五）随炉冷却至室温，得到超长 SiC 纳米纤维。

具体实施方式二：本实施方式与具体实施方式一的不同点在于步骤（一）中（一）中取含碳质量 30% 的 SiO₂ 凝胶粉末放入石墨坩埚中。其它步骤与具体实施方式一相同。

具体实施方式三：本实施方式与具体实施方式一的不同点在于步骤（三）中向气氛烧结炉内充入氩气，使炉内气体压强达到 0.5Mpa。其它步骤与具体实施方式一相同。

具体实施方式四：本实施方式与具体实施方式一的不同点在于步骤（三）

中向气氛烧结炉内充入氩气，使炉内气体压强达到 1.0Mpa。其它步骤与具体实施方式一相同。

具体实施方式五：本实施方式与具体实施方式一的不同点在于步骤（三）中向气氛烧结炉内充入氩气，使炉内气体压强达到 1.5Mpa。其它步骤与具体实施方式一相同。

具体实施方式六：本实施方式与具体实施方式一的不同点在于步骤（四）中气氛烧结炉以 10°C/min 的升温速度进行加热。其它步骤与具体实施方式一相同。

具体实施方式七：本实施方式与具体实施方式一的不同点在于步骤（四）中气氛烧结炉以 20°C/min 的升温速度进行加热。其它步骤与具体实施方式一相同。

具体实施方式八：本实施方式与具体实施方式一的不同点在于步骤（四）中使烧结温度达到 1600°C。其它步骤与具体实施方式一相同。

具体实施方式九：本实施方式与具体实施方式一的不同点在于步骤（四）中使烧结温度达到 1800°C。其它步骤与具体实施方式一相同。

具体实施方式十：本实施方式与具体实施方式一的不同点在于步骤（四）中保持温度 1 小时。其它步骤与具体实施方式一相同。

具体实施方式十一：本实施方式通过以下步骤实现：（一）取含碳量质量 10~60%的 SiO₂ 凝胶粉末放入石墨坩埚中；（二）将坩埚放入气氛烧结炉中，抽真空，使气氛烧结炉的真空度至 1Pa 以下；（三）向气氛烧结炉内充入氩气，使炉内气体压强达到 0.6MPa；（四）气氛烧结炉以 12~20°C/min 的升温速度进行加热，使烧结温度达到 1550°C 并保持温度 30min；（五）随炉冷却至室温，得到超长 SiC 纳米纤维。

本实施方式制备的超长 SiC 纳米纤维直径分布在 60~300 纳米之间，以 70~150 纳米为主，长度达到毫米数量级。

具体实施方式十二：本实施方式通过以下步骤实现：（一）取含碳量质量 10~60%的 SiO₂ 凝胶粉末放入石墨坩埚中；（二）将坩埚放入气氛烧结炉中，抽真空，使气氛烧结炉的真空度至 1Pa 以下；（三）向气氛烧结炉内充入氩气，使炉内气体压强达到 0.8MPa；（四）气氛烧结炉以 15°C/min 的升温速度进行

加热，使烧结温度达到 1650℃并保持温度 60min；（五）随炉冷却至室温，得到超长 SiC 纳米纤维。

本实施方式制备的超长 SiC 纳米纤维直径分布在 65~300 纳米之间，以 80~150 纳米为主，长度达到毫米数量级。