

# [12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 99100221.0

[45] 授权公告日 2002 年 1 月 30 日

[11] 授权公告号 CN 1078565C

[22] 申请日 1999.1.22 [24] 颁证日 2002.1.30

[21] 申请号 99100221.0

[73] 专利权人 清华大学

地址 100084 北京市海淀区清华园

[72] 发明人 朱永法 张利 姚文清 曹立礼

[56] 参考文献

CN1066043 1992.11.11 \_

JP8081223 1996.3.26 \_

JP9278443 1997.10.28 \_

审查员 左嘉勋

[74] 专利代理机构 北京清亦华专利事务所

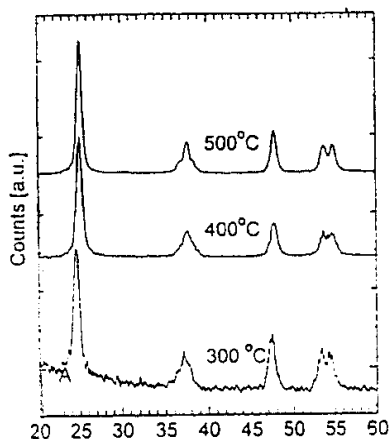
代理人 罗文群

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图页数 1 页

[54] 发明名称 用四氯化钛醇解法制备二氧化钛纳米粉体的方法

[57] 摘要

本发明涉及一种用四氯化钛醇解法制备二氧化钛纳米粉体的方法,该方法首先制备四氯化钛乙醇溶胶,将四氯化钛溶液滴加到醇溶液中,存放 30—50 小时,然后把溶液放在饱和水蒸气中,存放 30—50 小时,最后蒸发回收醇溶剂,直到形成干凝胶。干凝胶经粉碎后,在气氛条件下进行煅烧,即形成本发明的二氧化钛纳米粉体。运用本发明的方法制备出的二氧化钛纳米粉体,其粒径均匀,粒径大小可以从 4 纳米到 10 纳米,而且分散性好。



## 权 利 要 求 书

---

1、一种用四氯化钛醇解法制备二氧化钛纳米粉体的方法，其特征在于该方法包括以下步骤：

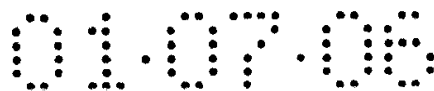
(1) 制备四氯化钛醇溶胶：

将一定量的四氯化钛溶液缓慢地滴加到含水量为 0%~15%的醇溶液中，其中四氯化钛的体积百分比浓度为 5%-30%，滴加完毕后形成黄色透亮的溶液，该溶液在密闭的条件下常温存放 30-50 小时，然后把溶液放在饱和水蒸气中，温度为 10℃- 30℃下，存放 30-50 小时，最后，通过在 60℃下蒸发回收醇溶剂，直到形成干凝胶；

(2) 制备纳米二氧化钛粉体：

干凝胶经粉碎后，在空气氛条件下进行煅烧，起始升温速率为 10℃/分，然后在 250℃~ 600℃的温度下煅烧 0.5 ~ 5 小时，即形成二氧化钛纳米粉体。

2、如权利要求 1 所述的方法，其中所述的四氯化钛醇溶胶的制备中的醇为甲醇、乙醇和异丙醇。



# 说明书

## 用四氯化钛醇解法制备二氧化钛纳米粉体的方法

本发明涉及一种用四氯化钛醇解法制备二氧化钛纳米粉体的方法，属化学化工技术领域。

现有的制备二氧化钛纳米粉体方法主要有两类：（1）利用有机钛酸酯（钛酸正丁酯或钛酸异丙酯）控制水解的溶胶凝胶法；（2）利用四氯化钛与碱反应的沉淀法。其中在方法（1）中由于采用了价格很贵的有机钛酸酯，因此原料的成本很高，并且原料不宜获得。此外，由于有机钛酸酯对水分解十分敏感，因此水解工艺不易控制。对于方法（2），其主要缺点是：由于采用沉淀，过滤，反胶等过程，工艺过程复杂，形成的二氧化钛纳米粉体的颗粒较大，均匀性较差。

本发明的目的是研究一种用四氯化钛醇解法制备二氧化钛纳米粉体的方法，通过价廉的四氯化钛作为原料来克服上述方法（1）中原料成本高及对水敏感的缺点。用醇解法直接形成溶胶，省去分离的过程，以克服上述方法（2）的工艺复杂性和颗粒不均性等缺陷。

本发明的用四氯化钛醇解法制备二氧化钛纳米粉体的方法，包括以下步骤：

### （1）制备四氯化钛醇溶胶：

将一定量的四氯化钛溶液缓慢地滴加到含水量为 0%~15%的醇（甲醇，乙醇和异丙醇）溶液中，其中四氯化钛的体积百分比浓度为 5%-30%。在滴加过程中，会有大量的 HCl 气体放出，同时溶液的温度上升。滴加完毕后可以形成黄色透亮的溶液。该溶液在密闭的条件下常温存放 30-50 小时，使四氯化钛醇溶液溶胶化。然后可以把溶液存放在饱和水蒸气（10℃- 30℃）30-50 小时，以促进溶胶的无机化。最后，通过在 60℃蒸发回收醇溶剂，直到形成干凝胶。

### （2）制备二氧化钛纳米粉体：

干凝胶经粉碎后，在空气氛条件下进行煅烧。为了促进有机物的充分分解，起始升温速率为 10℃/分。然后在 250℃~ 600℃的温度下煅烧 0.5 ~ 5 小时，即形成二氧化钛纳米粉体。

运用本发明的方法制备出的二氧化钛纳米粉体,其粒径均匀,粒径大小可以从4纳米到10纳米,而且分散性好。整个制备方法中,原料价廉,工艺简单,因此降低了产品成本。

附图说明:

图1为煅烧温度对TiO<sub>2</sub>晶相结构的影响。该图表明,在300℃~500℃间煅烧均可以形成了锐钛矿型二氧化钛。

图2为TiO<sub>2</sub>粉体的透射电镜图。该图表明经500℃形成的TiO<sub>2</sub>粉体的颗粒均匀,粒径大小为10nm。

下面介绍本发明的实施例。

实施例一:

在室温下将1.5ml的TiCl<sub>4</sub>(C.P)溶液缓慢滴加到10ml无水甲醇中,经15min超声振荡,得到均匀透明的淡黄色溶液。将该溶液在密闭环境中静置10小时,然后在20℃饱和水蒸气气氛中存放72小时进行成胶化,就可获得具有一定粘度的透明溶胶。该溶胶经60℃加热处理,除去有机溶剂就可形成白色干凝胶。前躯体干凝胶经500℃热处理1小时就可形成TiO<sub>2</sub>纳米粉体。为了抑制结碳的生成,刚开始的升温速度必须很缓慢,控制在10℃/min,以促进有机物的完全分解。TEM表明TiO<sub>2</sub>纳米粉体的颗粒大小约为10nm,分散性很好。

实施例二:

在室温下将1.5ml的TiCl<sub>4</sub>(C.P)溶液缓慢滴加到15ml无水乙醇中,经15min超声振荡,得到均匀透明的淡黄色溶液。将该溶液在密闭环境中静置5天进行成胶化,就可获得具有一定粘度的透明溶胶。该溶胶经70℃加热处理,除去溶剂就可形成淡黄色的干凝胶。前躯体干凝胶经500℃热处理1小时就可形成TiO<sub>2</sub>纳米粉体。为了抑制结碳的生成,刚开始的升温速度必须很缓慢,控制在5℃/min,以促进有机物的完全分解。

实施例三:

在室温下将1.5ml的TiCl<sub>4</sub>(C.P)溶液缓慢滴加到15ml无水异丙醇中,经15min超声振荡,得到均匀透明的淡黄色溶液。将该溶液在密闭环境中静置5天进行成胶化,就可获得具有一定粘度的透明溶胶。该溶胶经60℃加热处理,除去溶剂就可形成淡黄色的干凝胶。前躯体干凝胶经500℃热处理1小时就可形成TiO<sub>2</sub>纳米粉体。为了抑制结碳的生成,刚开始的升温速度必须很缓慢,控制在5℃/min,以促进有机物的完全分解。

#### 实施例四：

在室温下将 1.5ml 的  $\text{TiCl}_4$ (C. P) 溶液缓慢滴加到含水量为 10% 的 10ml 乙醇水溶液中, 经 15min 超声振荡, 得到均匀透明的淡黄色溶液。将该溶液在密闭环境中静置 90 小时, 就可获得具有一定粘度的透明溶胶。该溶胶经  $70^\circ\text{C}$  加热处理, 除去有机溶剂就可形成白色干凝胶。前躯体干凝胶经  $500^\circ\text{C}$  热处理 1 小时就可形成  $\text{TiO}_2$  纳米粉体。为了抑制结碳的生成, 刚开始的升温速度必须很缓慢, 控制在  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ , 以促进有机物的完全分解。TEM 表明  $\text{TiO}_2$  纳米粉体的颗粒大小约为 12nm, 分散性很好。

# 说明书附图

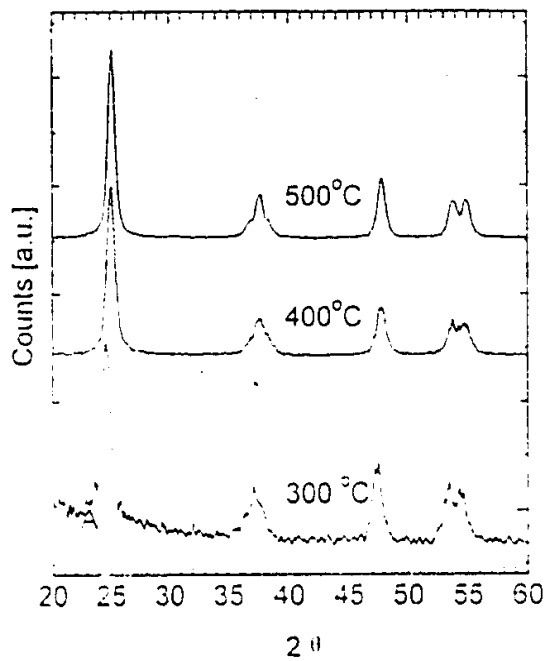


图 1



图 2