



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102995120 A

(43) 申请公布日 2013. 03. 27

(21) 申请号 201210537156. 4

(22) 申请日 2012. 12. 12

(71) 申请人 国家纳米科学中心

地址 100190 北京市海淀区中关村北一条
11 号

(72) 发明人 朴玲钰 吴志娇 解英娟

(74) 专利代理机构 北京品源专利代理有限公司
11332

代理人 巩克栋

(51) Int. Cl.

C30B 29/16 (2006. 01)

C30B 7/00 (2006. 01)

C01G 23/053 (2006. 01)

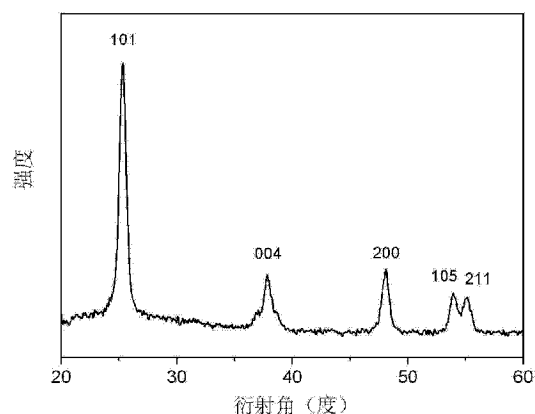
权利要求书 1 页 说明书 6 页 附图 2 页

(54) 发明名称

一种纳米 TiO_2 单晶材料、其制备方法及应用

(57) 摘要

本发明涉及一种纳米 TiO_2 单晶材料、其制备方法及应用,属于无机纳米材料制备领域。本发明在较低温度条件下,通过沉淀-水热法联合,制备出粒度分布均一的锐钛矿型纳米 TiO_2 单晶颗粒,其直径约为 30nm。本发明制备过程简单、能耗低,所得二氧化钛材料形貌均一、纯度高,具有很好的光催化降解有机物的性能。



1. 一种纳米 TiO_2 单晶材料的制备方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:
 - (1) 将 TiCl_4 滴加到氨水溶液中,滴至体系为中性或弱碱性,得到乳状液;
 - (2) 将步骤(1)中的乳状液固液分离得到沉淀,再将沉淀洗涤至中性;
 - (3) 将步骤(2)中的沉淀分散在乙醇、水或乙醇与水的混合体系中,置于反应釜中反应;
 - (4) 反应完毕后,将得到的白色乳浊液固液分离,洗涤得到沉淀物,并冷冻干燥,即得到粒度分布均一的纳米 TiO_2 单晶材料。
2. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,步骤(1)所述 TiCl_4 的浓度为 $0.05\sim 0.5\text{mol/L}$,优选 $0.1\sim 0.2\text{mol/L}$,进一步优选 0.2mol/L ;
优选地,所述氨水溶液的浓度为 $0.12\sim 0.8\text{mol/L}$,进一步优选 $0.2\sim 0.5\text{mol/L}$,最优选 0.5mol/L ;
优选地,步骤(1)中滴加 TiCl_4 到氨水溶液中至体系的 pH 值为 $7.2\sim 9.0$,进一步优选 pH 值为 8.0 。
3. 如权利要求1或2所述的方法,其特征在于,所述步骤(2)中用去离子水将沉淀洗涤至中性。
4. 如权利要求1-3之一所述的方法,其特征在于,所述步骤(3)中乙醇与水的体积比为 $10:0\sim 0:10$,优选为 $10:0\sim 1:1$,进一步优选 $9:1$;
优选地,所述步骤(3)中的反应时间为 $2\sim 18\text{h}$,进一步优选 $3\sim 15\text{h}$,最优选 7.5h ;
优选地,所述步骤(3)中的反应温度为 $110\sim 180^\circ\text{C}$,进一步优选 $120\sim 150^\circ\text{C}$,最优选 150°C 。
5. 如权利要求1-4之一所述的方法,其特征在于,所述步骤(4)中用乙醇和去离子水洗涤沉淀物。
6. 如权利要求1-5之一所述的方法,其特征在于,所述步骤(4)中冷冻干燥的温度为 $-85\sim -40^\circ\text{C}$,进一步优选 $-75\sim -50^\circ\text{C}$,最优选 -60°C 。
7. 如权利要求1-6之一所述的方法,步骤(2)与步骤(4)所述的固液分离包括离心分离、沉淀、重力沉降或离心沉降,优选离心分离。
8. 如权利要求1-7之一所述的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:
 - (1) 将 $0.1\sim 0.2\text{mol/L}$ 的 TiCl_4 滴加到 $0.2\sim 0.5\text{mol/L}$ 的氨水溶液中,滴至体系 pH 值为 8.0 ,得到白色乳状液;
 - (2) 将步骤(1)中的白色乳状液离心分离得到沉淀,再用去离子水将沉淀洗涤至中性;
 - (3) 将步骤(2)中的沉淀分散在乙醇、水或乙醇与水的混合体系中,置于反应釜中,在 $120\sim 150^\circ\text{C}$ 下反应 $3\sim 15\text{h}$;
 - (4) 反应完毕后,将得到的白色乳浊液离心分离,用乙醇和去离子水洗涤得到的沉淀物并在 $-75\sim -50^\circ\text{C}$ 下冷冻干燥,即得到粒度分布均一的纳米 TiO_2 单晶材料。
9. 一种通过如权利要求1-8之一所述方法得到的纳米 TiO_2 单晶材料,其特征在于,所述材料粒度分布均一,平均粒径约 30nm ,相对标准偏差 $\leq 9\%$ 。
10. 一种如权利要求9所述纳米 TiO_2 单晶材料的用途,其特征在于,将纳米 TiO_2 单晶材料作为光催化剂。

一种纳米 TiO_2 单晶材料、其制备方法及其用途

技术领域

[0001] 本发明涉及一种纳米 TiO_2 单晶材料、其制备方法及其用途,属于无机纳米材料制备领域,特别涉及一种具有高度均一粒度的纳米 TiO_2 单晶材料及其制备方法,以及其在光催化领域的用途。

背景技术

[0002] TiO_2 作为一种重要的半导体氧化物,自上世纪六十年代以来,以其优异的物化性能被广泛应用于颜料、涂料、油墨、化妆品、环境污染治理等领域。特别是其优异的光催化与光电性能,使 TiO_2 在光催化和太阳能电池等新兴产业中也获得了大量的应用。 TiO_2 的这些应用与其自身的形貌、尺寸、晶体结构等有着密切的联系。 TiO_2 常见的晶型有三种:板钛矿、锐钛矿和金红石,其中锐钛矿 TiO_2 在光催化和太阳能电池等方面表现出优异的性能。尺寸小的 TiO_2 具有较大的比表面积,高比表面积有助于提高光的吸收和折射率,有利于反应物在表面的吸附,使 TiO_2 具有更高的光催化活性。为保证 TiO_2 在持续的研究与应用中的性能稳定,合成的 TiO_2 材料应具有晶体结构,且颗粒尺度应保持均一;同时,粒度分布均一的纳米 TiO_2 在计量和标准化领域具有非常重要的应用。因此,制备粒度均一的锐钛矿晶型纳米 TiO_2 材料具有重要的意义。

[0003] CN 101318128A 公开了一种锐钛矿结构的高光催化活性纳米 TiO_2 的制备方法,包括以下步骤:(1)称取钛金属有机化合物或钛的无机盐溶于冰醋酸制成混合液,将混合液溶于无水乙醇中,得到溶液1;(2)选取二种或三种模版剂,溶解于无水乙醇,得到溶液2;(3)将溶液1和溶液2混合,加入蒸馏水,搅拌,得到澄清溶液,静置2~5天,形成凝胶,干燥;(4)将干燥物煅烧去除模版剂,得到锐钛矿结构的高光催化活性纳米 TiO_2 ,用该发明的方法制备的锐钛矿结构的高光催化活性纳米 TiO_2 其粒径小于P-25,比表面积大于P-25,具有比P-25高的光催化活性,可以广泛应用于光催化、敏化太阳能电池等领域。

[0004] CN 1312223A 涉及一种纳米 TiO_2 的生产方法,是选择可溶于水或有机溶剂金属盐类使其溶解,以离子或分子状态混合均匀,再选择一种合适的沉淀剂或采用蒸发、结晶、升华、水解等过程,将金属离子均匀沉淀或结晶出来,再经脱水或解分解制得粉体。

[0005] 目前,纳米 TiO_2 材料的制备方法有气相法和液相法。其中气相法由于能耗大、成本高及工艺复杂等原因使用范围较小,液相法则由于能耗与成本相对较低、均匀性好且所需设备简单等优点得到广泛的应用。液相法中常用的有化学沉淀法、溶胶-凝胶法、水/醇热法及微乳液法等,其中,化学沉淀法是一种常用方法。但是,沉淀法制备出的 TiO_2 是无定型的,几乎不具有光催化活性。为得到晶体 TiO_2 材料,需要进行高温热处理。随着热处理温度的提高,纳米 TiO_2 颗粒将会发生硬团聚,且比表面积大幅下降。因此,低温制备纳米 TiO_2 晶体材料具有重要意义。本发明利用化学沉淀与水热合成法联合,在低温条件下制备粒度分布均一、锐钛矿型纳米 TiO_2 材料。

发明内容

[0006] 本发明的目的在于提供一种粒度分布均一的锐钛矿型纳米 TiO_2 材料及其制备方法和用途。

[0007] 为达此目的,本发明采用以下技术方案:

[0008] 本发明的目的之一在于提供一种纳米 TiO_2 单晶材料的制备方法,所述方法包括以下步骤:

[0009] (1) 将 TiCl_4 滴加到氨水溶液中,滴至体系为中性或弱碱性,得到乳状液;

[0010] (2) 将步骤(1)中的乳状液固液分离得到沉淀,再将沉淀洗涤至中性;

[0011] (3) 将步骤(2)中的沉淀分散在乙醇、水或乙醇与水的混合体系中,置于反应釜中反应;

[0012] (4) 反应完毕后,将得到的白色乳浊液固液分离,洗涤得到沉淀物,并冷冻干燥,即得到粒度分布均一的纳米 TiO_2 单晶材料。

[0013] 本发明步骤(1)所述 TiCl_4 的浓度为 $0.05 \sim 0.5 \text{ mol/L}$ 。若浓度过小,使步骤(2)得到的沉淀量相对少且滴加费时,浓度过大则导致体系 pH 变化过快而使沉淀不均匀。本发明所述 TiCl_4 的浓度可选择 $0.051 \sim 0.49 \text{ mol/L}$, $0.08 \sim 0.4 \text{ mol/L}$, $0.11 \sim 0.34 \text{ mol/L}$, $0.16 \sim 0.3 \text{ mol/L}$, $0.23 \sim 0.28 \text{ mol/L}$ 等,皆可用于实施本发明,优选 $0.1 \sim 0.2 \text{ mol/L}$,进一步优选 0.2 mol/L 。

[0014] 本发明所述氨水溶液的浓度为 $0.12 \sim 0.8 \text{ mol/L}$,例如 $0.14 \sim 0.78 \text{ mol/L}$, $0.3 \sim 0.6 \text{ mol/L}$, $0.33 \sim 0.57 \text{ mol/L}$, $0.37 \sim 0.51 \text{ mol/L}$, 0.43 mol/L 等,进一步优选 $0.2 \sim 0.5 \text{ mol/L}$,最优选 0.5 mol/L 。

[0015] 本发明步骤(1)中将 TiCl_4 滴加到氨水溶液中,滴至体系为中性或弱碱性,例如 pH 值为 $7.02 \sim 9.5$, $7.4 \sim 9$, $8 \sim 8.5$ 等,优选滴至体系的 pH 值为 $7.2 \sim 9.0$,进一步优选 pH 值为 8.0 。

[0016] 本发明所述步骤(2)中用去离子水将沉淀洗涤至中性。其他能够将沉淀洗涤至中性的方式也可由本领域技术人员从现有技术中进行选择。

[0017] 本发明所述步骤(3)中乙醇与水的体积比为 $10:0 \sim 0:10$,其中 $10:0$ 是指全部为乙醇, $0:10$ 是指全部为水,均可用于实施本发明。所述体积比优选为 $10:0 \sim 1:1$,例如 $9.9:0.1$, $9.2:0.8$, $8.5:1.5$, $7.6:2.4$, $7:3$, $6.2:3.8$, $5.5:4.5$ 等,进一步优选 $9:1$ 。

[0018] 本发明所述步骤(3)中的反应时间为 $2 \sim 18 \text{ h}$ 。反应时间过短,得不到产物;过长,则产品颗粒团聚,分散性比较差。例如 $2.01 \sim 17.8 \text{ h}$, $3 \sim 15 \text{ h}$, $3.8 \sim 14 \text{ h}$, $5 \sim 12.3 \text{ h}$, $7.5 \sim 11 \text{ h}$, 9 h 等,进一步优选 $3 \sim 15 \text{ h}$,最优选 7.5 h 。

[0019] 本发明所述步骤(3)中的反应温度为 $110 \sim 180^\circ\text{C}$ 。反应温度过低,需要延长反应时间才能得到产品且产品的结晶性差;反应温度过高,产品易团聚,且耗能又不安全。例如 $112 \sim 178^\circ\text{C}$, $120 \sim 168^\circ\text{C}$, $124 \sim 163^\circ\text{C}$, $130 \sim 157^\circ\text{C}$, $137 \sim 150^\circ\text{C}$, 146°C 等,进一步优选 $120 \sim 150^\circ\text{C}$,最优选 150°C 。

[0020] 本发明所述步骤(4)中用乙醇和去离子水洗涤沉淀物。

[0021] 本发明所述步骤(4)中冷冻干燥的温度为 $-85 \sim -40^\circ\text{C}$,例如 $-84 \sim -41^\circ\text{C}$, $-81 \sim -43^\circ\text{C}$, $-75 \sim -48^\circ\text{C}$, $-67 \sim -55^\circ\text{C}$, $-62 \sim -59^\circ\text{C}$ 等,进一步优选 $-75 \sim -50^\circ\text{C}$,最优选 -60°C 。

[0022] 本发明步骤(2)与步骤(4)所述的固液分离包括过滤、离心分离、沉淀、重力沉降或离心沉降;优选离心分离。本领域技术人员可以从现有技术中获知并选择固液分离的方式,能够实现将相应体系的固态和液态分离并且不改变其固有性质即可。

[0023] 一种纳米 TiO_2 单晶材料的制备方法,所述方法经优化,包括以下步骤:

[0024] (1) 将 0.1~0.2mol/L 的 TiCl_4 滴加到 0.2~0.5mol/L 的氨水溶液中, 滴至体系 pH 值为 8.0, 得到白色乳状液;

[0025] (2) 将步骤(1)中的乳状液离心分离得到沉淀, 再用去离子水将沉淀洗涤至中性;

[0026] (3) 将步骤(2)中的沉淀分散在乙醇、水或乙醇与水的混合体系中, 置于反应釜中, 在 120~150℃下反应 3~15h;

[0027] (4) 反应完毕后, 将得到的白色乳浊液离心分离, 用乙醇和去离子水洗涤得到的沉淀物并在 -75~-50℃下冷冻干燥, 即得到粒度分布均一的纳米 TiO_2 单晶材料。

[0028] 本发明的目的之二在于提供一种通过如上所述方法得到的纳米 TiO_2 单晶材料, 所述材料粒度分布均一, 平均粒径约 30nm, 相对标准偏差小于 9%。所述平均粒径可以为 29nm, 30nm, 32nm 等。本领域技术人员可以根据相对标准偏差获知本发明纳米材料的粒径范围。比表面积为 70~80m²/g。

[0029] 本发明的目的之三在于提供一种所述纳米 TiO_2 单晶材料的用途, 将纳米 TiO_2 单晶材料作为光催化剂。

[0030] 与已有技术方案相比, 本发明具有以下有益效果:

[0031] 采用本发明的方法得到的 TiO_2 颗粒形貌规则、结晶度好、尺寸大小均匀、分散性好、产品纯度高, 且具有较高的光催化活性, 制备方法操作简单、环境友好, 反应条件温和、能耗低, 易于推广使用。

附图说明

[0032] 图 1 为本发明制得的 TiO_2 单晶材料的透射电镜图;

[0033] 图 2 为本发明制得的 TiO_2 单晶材料的扫描电镜图;

[0034] 图 3 为本发明制得的 TiO_2 单晶材料的 XRD 图;

[0035] 图 4 为本发明制得的 TiO_2 单晶材料同商业纳米 TiO_2 材料降解亚甲基蓝光催化效果对比图。

[0036] 下面对本发明进一步详细说明。但下述的实例仅仅是本发明的简易例子, 并不代表或限制本发明的权利保护范围, 本发明的保护范围以权利要求书为准。

具体实施方式

[0037] 为更好地说明本发明, 便于理解本发明的技术方案, 本发明的典型但非限制性的实施例如下:

[0038] 实施例 1

[0039] (1) 将 0.2mol/L 的 TiCl_4 滴加到 100mL 0.5mol/L 的氨水溶液中, 至体系 pH 值为 8.0, 得到白色乳状液;

[0040] (2) 将步骤(1)中的白色乳状液离心得到白色沉淀, 再用去离子水将沉淀洗涤至中性;

[0041] (3) 将步骤(2)中的沉淀分散在 50mL 的乙醇(即乙醇与水的体积比为 10:0)中, 置于反应釜中, 在 150℃下反应 5h;

[0042] (4) 反应完毕后, 将得到的白色乳浊液离心分离, 洗涤沉淀物并在 -65℃下冷冻干燥, 即得到粒度分布均一的锐钛矿型纳米 TiO_2 单晶材料。

[0043] 本实施例所制得的 TiO_2 单晶材料包含大量形貌规则、尺寸均匀、分散性好的纳米颗粒,颗粒的粒径为 32nm,比表面积为 $72\text{m}^2/\text{g}$,相对标准偏差为 8%。

[0044] 实施例 2

[0045] (1) 将 0.2mol/L 的 TiCl_4 滴加到 100mL 0.5mol/L 的氨水溶液中,至体系 pH 值为 8.0,得到白色乳状液;

[0046] (2) 将步骤(1)中的白色乳状液离心得到白色沉淀,再用去离子水将沉淀洗涤至中性;

[0047] (3) 将步骤(2)中的沉淀分散在 50mL 乙醇与水体积比为 9:1 的体系中,置于反应釜中,在 150°C 下反应 5h;

[0048] (4) 反应完毕后,将得到的白色乳浊液离心分离,洗涤沉淀物并在 -75°C 下冷冻干燥,即得到粒度分布均一的锐钛矿型纳米 TiO_2 单晶材料。

[0049] 本实施例所制得的 TiO_2 单晶材料包含大量形貌规则、尺寸均匀、分散性好的纳米颗粒,颗粒的粒径为 30nm,比表面积为 $76\text{m}^2/\text{g}$,相对标准偏差为 7%。

[0050] 实施例 3

[0051] (1) 将 0.2mol/L 的 TiCl_4 滴加到 100mL 0.5mol/L 的氨水溶液中,至体系 pH 值为 8.0,得到白色乳状液;

[0052] (2) 将步骤(1)中的白色乳状液离心得到白色沉淀,再用去离子水将沉淀洗涤至中性;

[0053] (3) 将步骤(2)中的沉淀分散在 50mL 乙醇(即乙醇与水的体积比为 10:0)中,置于反应釜中,在 150°C 下,反应 15h;

[0054] (4) 反应完毕后,将得到的白色乳浊液离心分离,洗涤沉淀物并在 -50°C 下冷冻干燥,即得到粒度分布均一的锐钛矿型纳米 TiO_2 单晶材料。

[0055] 本实施例所制得的 TiO_2 单晶材料包含大量形貌规则、尺寸均匀、分散性好的纳米颗粒,颗粒的粒径为 32nm,比表面积为 $71\text{m}^2/\text{g}$,相对标准偏差为 9%。

[0056] 实施例 4

[0057] (1) 将 0.2mol/L 的 TiCl_4 滴加到 100mL 0.2mol/L 的氨水溶液中,至体系 pH 值为 8.0,得到白色乳状液;

[0058] (2) 将步骤(1)中的白色乳状液离心得到白色沉淀,再用去离子水将沉淀洗涤至中性;

[0059] (3) 将步骤(2)中的沉淀分散在 50mL 乙醇(即乙醇与水的体积比为 10:0)中,置于反应釜中,在 120°C 下反应 7.5h;

[0060] (4) 反应完毕后,将得到的白色乳浊液离心分离,洗涤沉淀物并在 -65°C 下冷冻干燥,即得到粒度分布均一的锐钛矿型纳米 TiO_2 单晶材料。

[0061] 本实施例所制得的 TiO_2 单晶材料包含大量形貌规则、尺寸均匀、分散性好的纳米颗粒,颗粒的粒径为 30nm,比表面积为 $75\text{m}^2/\text{g}$,相对标准偏差为 7%。

[0062] 实施例 5

[0063] (1) 将 0.1mol/L 的 TiCl_4 滴加到 100mL 0.2mol/L 的氨水溶液中,至体系 pH 值为 8.0,得到白色乳状液;

[0064] (2) 将步骤(1)中的白色乳状液离心得到白色沉淀,再用去离子水将沉淀洗涤至中

性；

[0065] (3)将步骤(2)中的沉淀分散在 50mL 乙醇(即乙醇与水的体积比为 10:0)中,置于反应釜中,在 150℃下反应 7.5h；

[0066] (4)反应完毕后,将得到的白色乳浊液离心分离,洗涤沉淀物并在 -60℃下冷冻干燥,即得到粒度分布均一的锐钛矿型纳米 TiO_2 单晶材料。

[0067] 本实施例所制得的 TiO_2 单晶材料包含大量形貌规则、尺寸均匀、分散性好的纳米颗粒,颗粒的粒径为 29nm,比表面积为 $78\text{m}^2/\text{g}$,相对标准偏差为 8%。

[0068] 实施例 6

[0069] (1)将 0.05mol/L 的 TiCl_4 滴加到 100mL 0.8mol/L 的氨水溶液中,至体系 pH 值为 9.5,得到白色乳状液；

[0070] (2)将步骤(1)中的白色乳状液离心得到白色沉淀,再用去离子水将沉淀洗涤至中性；

[0071] (3)将步骤(2)中的沉淀分散在 50mL 乙醇与水体积比为 1:1 的体系中,,置于反应釜中,在 120℃下反应 5h；

[0072] (4)反应完毕后,将得到的白色乳浊液离心分离,用乙醇和去离子水洗涤沉淀物并在 -68℃下冷冻干燥,即得到粒度分布均一的锐钛矿型纳米 TiO_2 单晶材料。

[0073] 本实施例所制得的 TiO_2 单晶材料包含大量形貌规则、尺寸均匀、分散性好的纳米颗粒,颗粒的粒径为 31nm,比表面积为 $74\text{m}^2/\text{g}$,相对标准偏差为 7%。

[0074] 实施例 7

[0075] (1)将 0.5mol/L 的 TiCl_4 滴加到 100mL 0.12mol/L 的氨水溶液中,至体系 pH 值为 9.0,得到白色乳状液；

[0076] (2)将步骤(1)中的白色乳状液离心过滤得到白色沉淀,再用去离子水将沉淀洗涤至中性；

[0077] (3)将步骤(2)中的沉淀分散在 50mL 水(即乙醇与水的体积比为 0:10)中,置于反应釜中,在 180℃下反应 2h；

[0078] (4)反应完毕后,将得到的白色乳浊液离心过滤,洗涤沉淀物并在 -40℃下冷冻干燥,即得到粒度分布均一的锐钛矿型纳米 TiO_2 单晶材料。

[0079] 本实施例所制得的 TiO_2 单晶材料包含大量形貌规则、尺寸均匀、分散性好的纳米颗粒,颗粒的粒径为 30nm,比表面积为 $75\text{m}^2/\text{g}$,相对标准偏差为 8%。

[0080] 实施例 8

[0081] (1)将 0.15mol/L 的 TiCl_4 滴加到 100mL 0.3mol/L 的氨水溶液中,至体系 pH 值为 7.2,得到白色乳状液；

[0082] (2)将步骤(1)中的白色乳状液重力沉降得到白色沉淀,再用去离子水将沉淀洗涤至中性；

[0083] (3)将步骤(2)中的沉淀分散在 50mL 乙醇与水的体积比为 7:3 的体系中,置于反应釜中,在 110℃下反应 18h；

[0084] (4)反应完毕后,将得到的白色乳浊液重力沉降得到沉淀物,用乙醇和去离子水洗涤沉淀物并在 -85℃下冷冻干燥,即得到粒度分布均一的锐钛矿型纳米 TiO_2 单晶材料。

[0085] 本实施例所制得的 TiO_2 单晶材料包含大量形貌规则、尺寸均匀、分散性好的纳米

颗粒,颗粒的粒径为 28nm,比表面积为 $80\text{m}^2/\text{g}$,相对标准偏差为 5%。

[0086] 实施例 9

[0087] 实施例 6 为本发明制备的 TiO_2 单晶材料(A)作为催化剂与商业平均粒径为 30nm TiO_2 (B)催化剂在降解染料亚甲基蓝时的光催化效果对比。将 0.01g 催化剂加到 100mL 含有 10mg/L 的亚甲基蓝溶液中,避光条件下搅拌 1h,使催化剂与染料之间到达吸附-脱附平衡。用发射波长为 365nm 的高压汞灯从外部照射反应器。在光照过程中,每隔 15min 取样,8000r/min 离心 5min,取上层澄清液在紫外可见分光光度计中进行测试。亚甲基蓝溶液的浓度对应于 665nm 处的吸光度。结果表明,用本发明制备的 TiO_2 材料催化降解亚甲基蓝的活性比商业 TiO_2 催化剂的活性高。

[0088] 申请人声明,本发明通过上述实施例来说明本发明的制备方法,但本发明并不局限于上述步骤,即不意味着本发明必须依赖上述步骤才能实施。所属技术领域的技术人员应该明了,对本发明的任何改进,对本发明所选用原料的等效替换及辅助成分的添加、具体方式的选择等,均落在本发明的保护范围和公开范围之内。

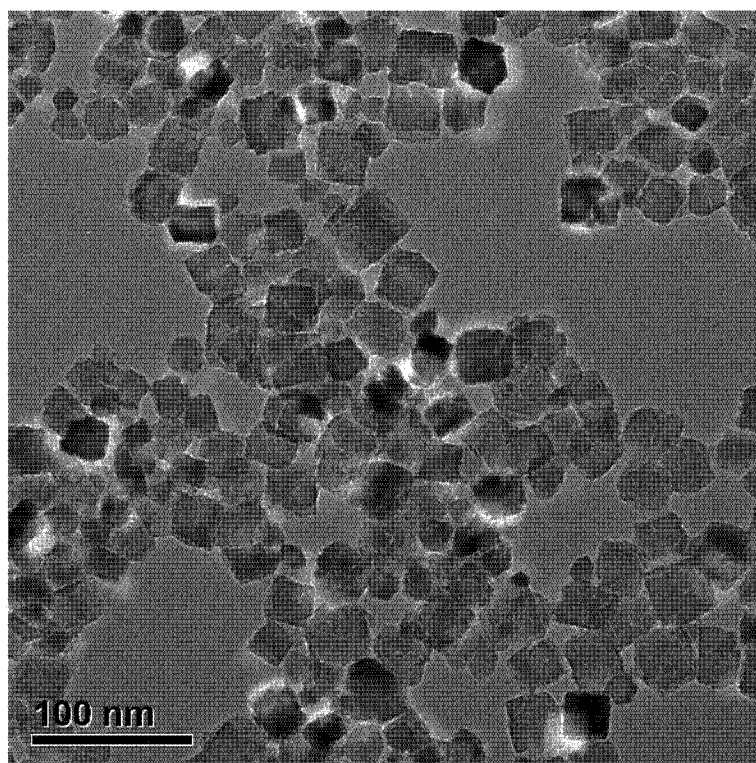


图 1

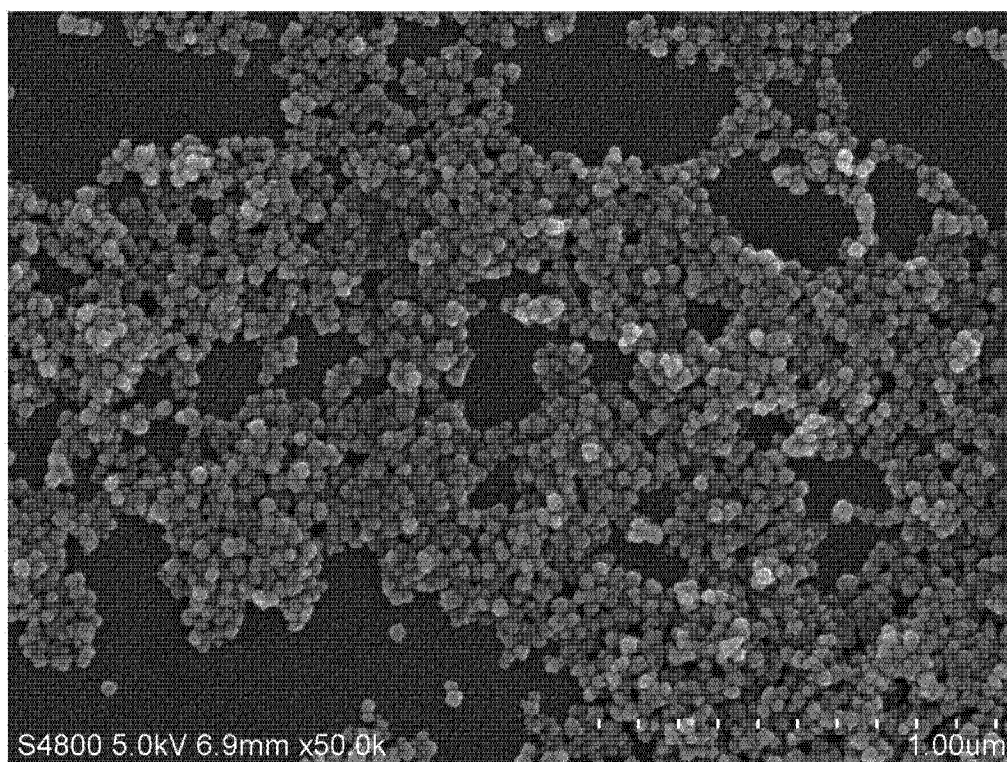


图 2

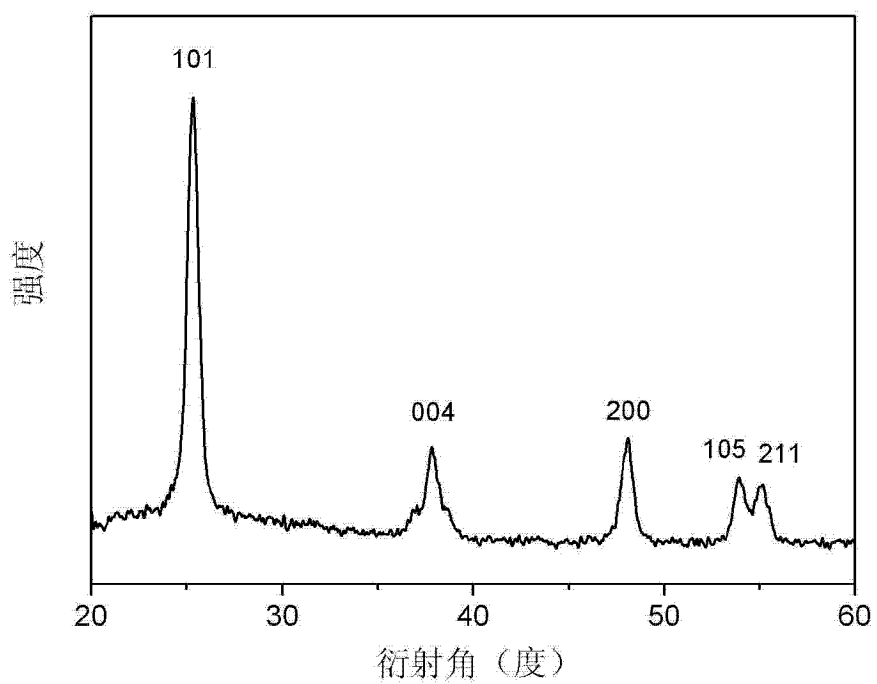


图 3

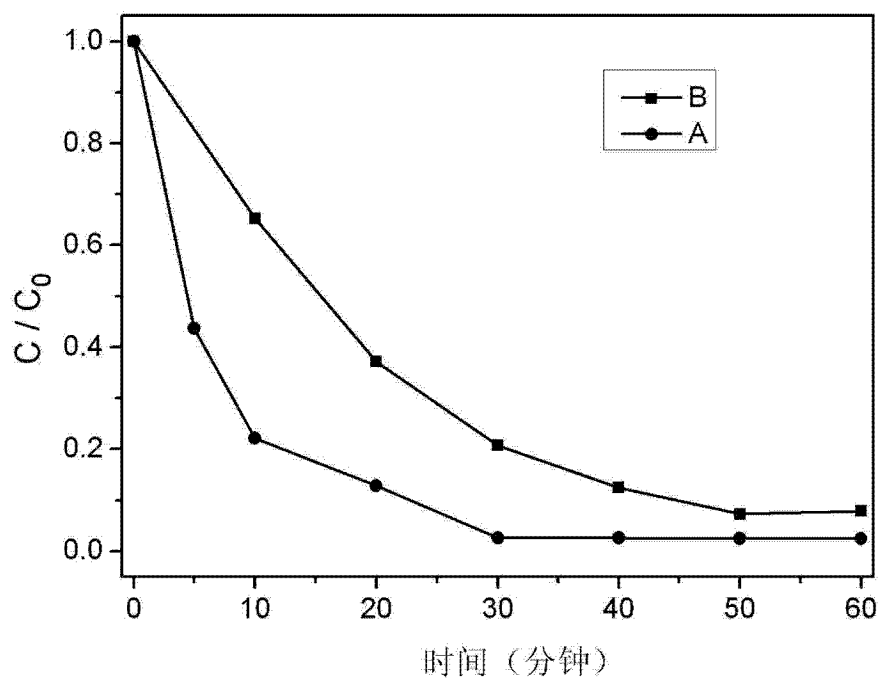


图 4