



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 105710390 A

(43)申请公布日 2016.06.29

(21)申请号 201610293735.7

(22)申请日 2016.05.05

(71)申请人 北京科技大学

地址 100083 北京市海淀区学院路30号

(72)发明人 张国华 王璐 周国治

(74)专利代理机构 北京市广友专利事务所有限
责任公司 11237

代理人 张仲波

(51) Int. Cl.

B22F 9/28(2006.01)

B82Y 40/00(2011.01)

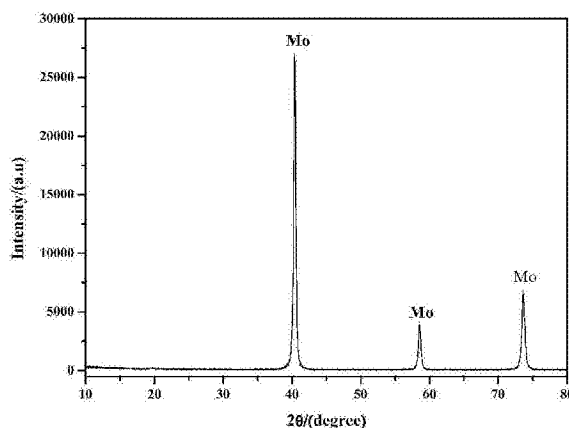
权利要求书1页 说明书2页 附图2页

(54)发明名称

一种直接利用工业级三氧化钼制备纳米级钼粉的方法

(57)摘要

本发明涉及一种直接利用工业级三氧化钼制备纳米级钼粉的方法。首先是将工业级三氧化钼置于高温炉中,在950-1500℃、氩气为载气、反应气体为氢气的条件下,通过调整不同的载气和反应气的流速,最终可以收集到纳米级的超细钼粉。将得到的产物在氢气气氛下,100℃进行烘干,即可得纯净钼粉。在反应过程中,由于高温条件下,三氧化钼挥发为气态,气态的三氧化钼和氢气在高温下反应,反应速度很快,能在短时间内制备纳米级的产物。本发明采用工业级三氧化钼在高温条件下和氢气反应,免去三氧化钼的提纯,又可以制备出纯度较高的超细钼粉,成本较低,工艺简单,易于工业化生产。



1. 一种直接利用工业级三氧化钼制备纳米级钼粉的方法;其特征在于所用原材料为工业级三氧化钼,将其挥发为气态后与还原气体接触,在高温炉中进行还原反应,得到纳米级材料,得到的产物由于含水,需要在氢气气氛下,100℃进行烘干,即可得纯净钼粉,所述工艺包括以下步骤:

1)将工业级三氧化钼在温度为950-1500℃高温挥发成气态三氧化钼;

2)挥发出来的气态三氧化钼与还原气体接触直接发生反应,三氧化钼被迅速还原为纳米级超细钼粉。

2. 根据权利要求1所述的直接利用工业级三氧化钼制备纳米级钼粉的方法,其特征在于,使用的原料为工业级三氧化钼,利用三氧化钼在高温下蒸汽压较大的特点,使其挥发后与还原气体反应,发生的还原反应为气-气反应,反应速度快。

3. 根据权利要求1或2所述的直接利用工业级三氧化钼制备纳米级钼粉的方法,其特征在于,使用的还原气体为纯氢气,或者为氢气与惰性气体的混合气。

一种直接利用工业级三氧化钼制备纳米级钼粉的方法

技术领域

[0001] 本发明属于纳米材料制备领域,涉及一种气相反应制备纳米级钼粉的方法。

背景技术

[0002] Mo为第六副族元素,拥有体心立方晶体结构,晶胞参数为0.3147nm,密度10.22g/cm³,熔点2610℃。Mo和它的合金化合物目前已经广泛地应用于化学、冶金和电子工业,高的熔点,低的热膨胀系数和高的热电导率使得Mo成为半导体材料、熔渣电极和抗腐蚀材料的重要组成部分。目前,相比普通材料来说,纳米材料已经被证实拥有更加优异的性能,例如超细纳米钼粉可以广泛地应用于电子设备的电导薄膜,可以用来生产纳米级工具钢如M50钢种,而且还可以用来制备性能更加优异的MoSi₂材料等等。因此,目前纳米Mo的合成和制备已经受到了很多专家的青睐。

[0003] 现在,制备纳米Mo粉的方法有很多,如微波等离子体气相沉积法,H₂还原机械活化的MoO₃粉末,自蔓延高温合成法,石墨碳还原机械活化的MoO₃粉末,H₂还原气态MoCl₅法和H₂还原纯净的MoO₃蒸汽法等等。这些方法虽然可以制备出超细的纳米钼粉,但是成本较高。本专利采用廉价的工业级三氧化钼为原料,在高温下通入氢气还原气态三氧化钼,既可以免去净化三氧化钼的过程,又可以制备出纯净的纳米钼粉,是制备纳米钼粉的一种简便实用的方法。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种采用高温气气反应制备超细纳米钼粉材料的方法。采用工业级三氧化钼为原材料,在温度为950-1500℃的范围内,使三氧化钼挥发为气态,然后再与氢气接触发生气-气反应,制备出超细的纳米钼粉。

[0005] 一种直接利用工业级三氧化钼制备纳米级钼粉的方法;其特征在于所用原材料为工业级三氧化钼,将其挥发为气态后与还原气体接触,在高温炉中进行还原反应,得到纳米级材料,得到的产物由于含水,需要在氢气气氛下,100℃进行烘干,即可得纯净钼粉,所述工艺包括以下步骤:

[0006] 1)将工业级三氧化钼在温度为950-1500℃高温挥发成气态三氧化钼;

[0007] 2)挥发出来的气态三氧化钼与还原气体接触直接发生反应,三氧化钼被迅速还原为纳米级超细钼粉。

[0008] 本发明使用的原料为工业级三氧化钼,利用三氧化钼在高温下蒸汽压较大的特点,使其挥发后与还原气体反应,发生的还原反应为气-气反应,反应速度快。

[0009] 使用的还原气体为纯氢气,或者为氢气与惰性气体的混合气。

[0010] 本发明与现有技术相比,具备以下优点:

[0011] 1,本发明采用工业级三氧化钼为原料,相比于纯净的三氧化钼而言,更加低廉经济,制备的温度较低,工艺流程简单,且易于工业化生产。

[0012] 2,本发明采用高温气气反应制备纳米钼粉,由于是气体跟气体的直接接触,因此

反应速率很快。

[0013] 3,本发明制备出的钼粉纯净高,且为纳米级材料。

附图说明

[0014] 图1为实施例1得到的纳米钼粉的X射线衍射图(XRD)。

[0015] 图2为实施例1得到的纳米钼粉扫描电镜图片。

[0016] 图3为实施例2得到的纳米钼粉扫描电镜图片。

[0017] 图4为实施例3得到的纳米钼粉的扫描电镜图。

具体实施方式

[0018] 下面结合具体实施例对本发明的技术方案做进一步说明。

[0019] 实施例1:将工业三氧化钼放入高温炉中,在1100℃的温度下,采用载气Ar流速300ml/min,反应气H₂流速500ml/min,反应时间为30min,最终可以得到纳米钼粉。图1是制备出的纳米钼粉的X射线衍射图(XRD)证明产物为金属钼,且不存在其他杂相。图2制备出的纳米钼粉的扫描电镜图,可以看出制备出的金属钼粉的颗粒大小约为50nm,且尺寸均匀。

[0020] 实施例2:将工业三氧化钼放入高温炉中,在1050℃的温度下,采用载气Ar流速300ml/min,反应气H₂流速500ml/min,反应时间为30min,最终可以得到纳米钼粉。图3制备出的纳米钼粉的扫描电镜图,可以看出制备出的金属钼粉的颗粒大小约为50nm,且尺寸均匀。

[0021] 实施例3:将工业三氧化钼放入高温炉中,在1050℃的温度下,采用载气Ar流速300ml/min,反应气H₂流速300ml/min,反应时间为30min,最终可以得到纳米钼粉。图4制备出的纳米钼粉的扫描电镜图,可以看出制备出的金属钼粉的颗粒大小约为50nm,且尺寸均匀。

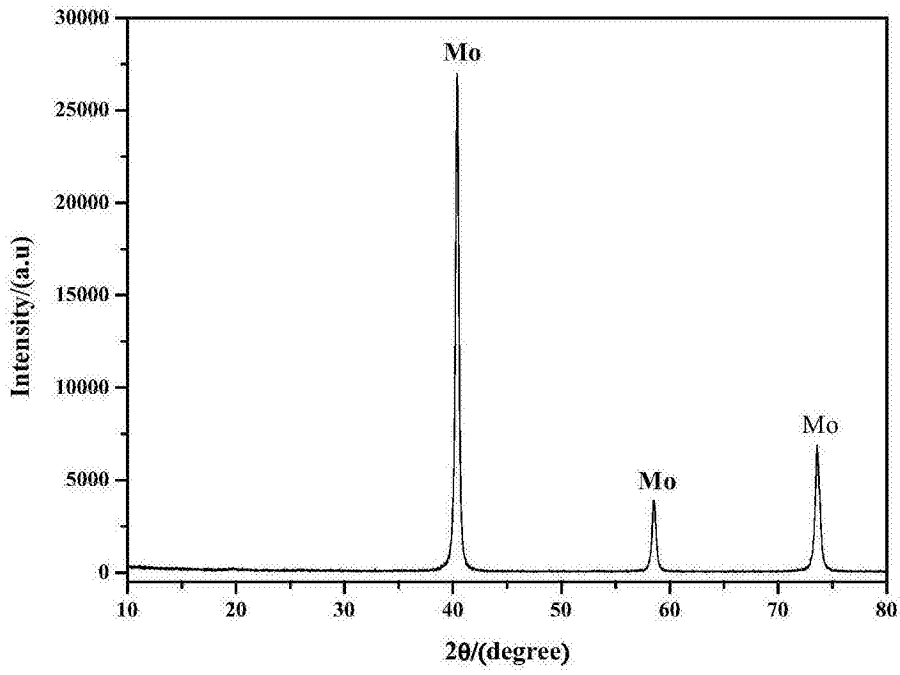


图1

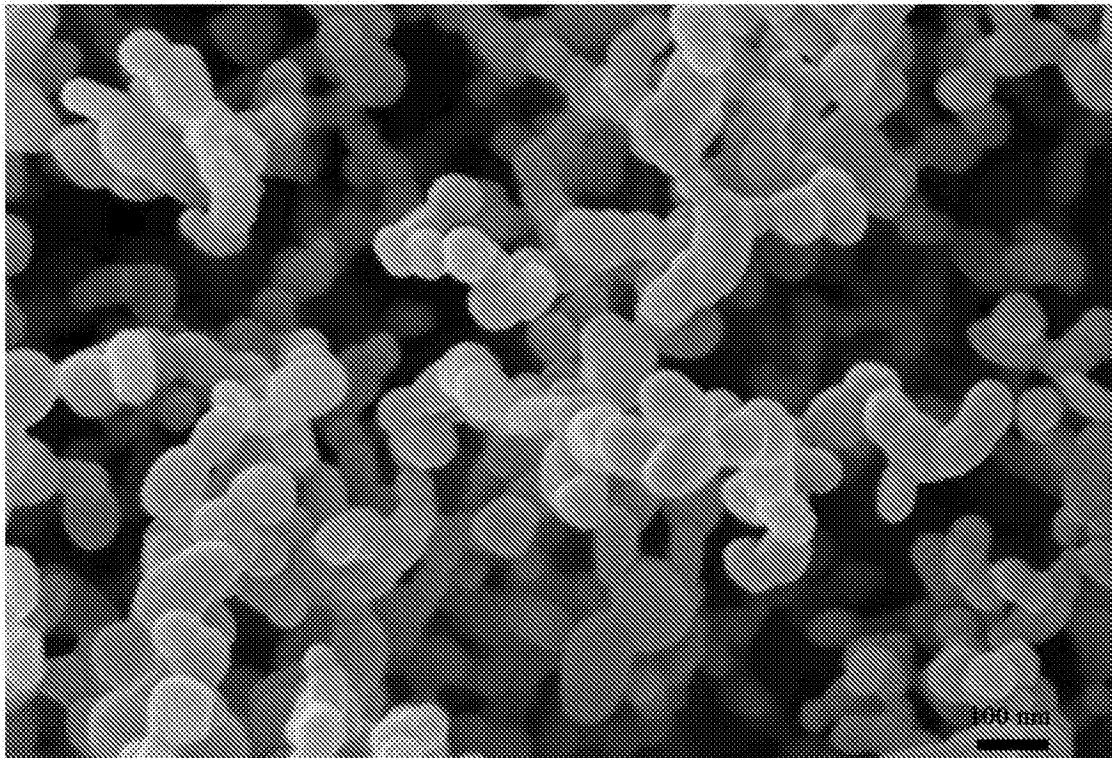


图2

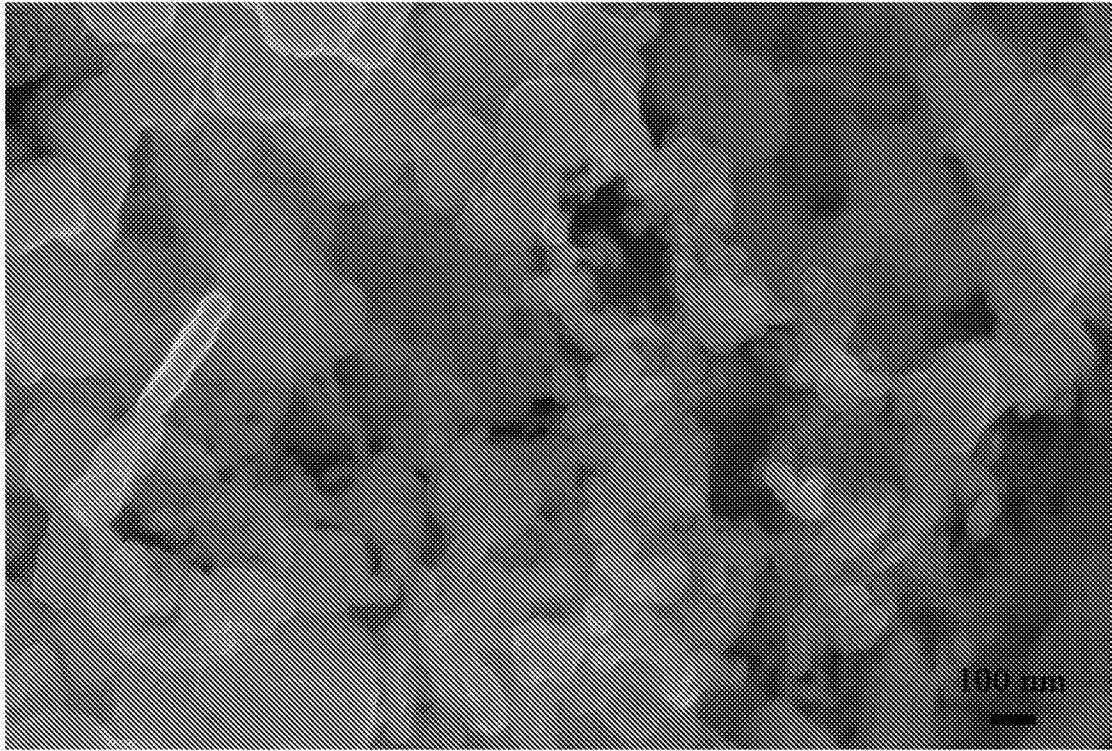


图3

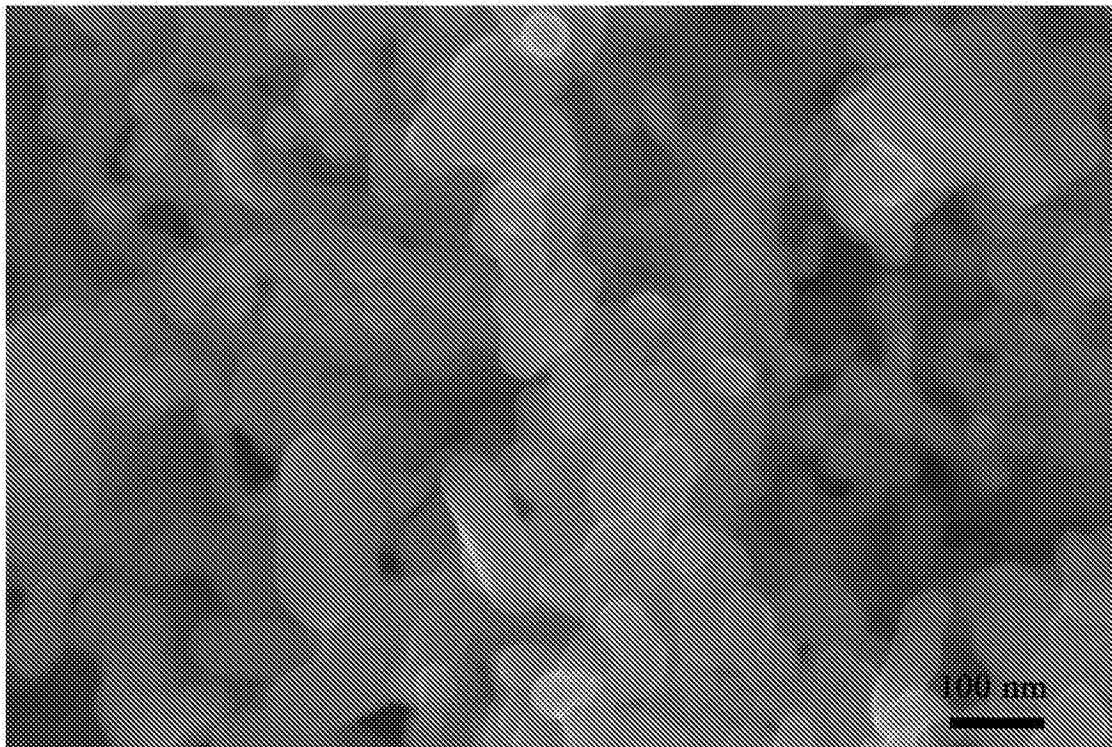


图4