

(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102134095 B

(45) 授权公告日 2012. 12. 26

(21) 申请号 201110100915. 6

(22) 申请日 2011. 04. 21

(73) 专利权人 浙江理工大学

地址 310018 浙江省杭州市江干区下沙高教园区

(72) 发明人 李立群 方合 李培刚 刘爱萍 朱晖文 唐为华

(74) 专利代理机构 浙江英普律师事务所 33238 代理人 陈小良

(51) Int. Cl.

C01G 23/047(2006. 01)

B82Y 40/00(2011. 01)

(56) 对比文件

CN 101327946 A, 2008. 12. 24, 权利要求 1-10.

US 2009/0311513 A1, 2009. 12. 17, 说明书 [0032]-[0045] 段, 附图 1.

Akira Iwabuchi et al..Titania

Nanoparticles Prepared with Pulsed Laser Ablation of Rutile Single Crystals in Water.《J. Phys. Chem. B》.2004, 第 108 卷(第 30 期), 10863-10871.

刘培生 等. 金红石型纳米 TiO₂ 的液相激光烧蚀合成.《电子元件与材料》. 2008, 第 27 卷(第 12 期), 70-73.

审查员 白婧

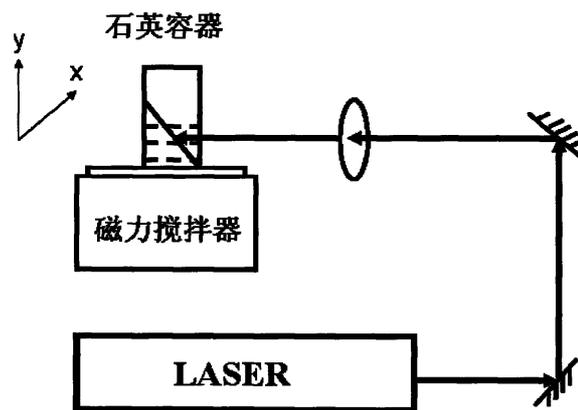
权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图 4 页

(54) 发明名称

一种制备核壳结构二氧化钛纳米颗粒的方法

(57) 摘要

本发明是公开了一种无机纳米材料的制备方法, 具体是指一种制备核壳结构二氧化钛纳米颗粒的方法。本发明先取一定体积的去离子水倒入石英玻璃容器中, 将经过去离子水和乙醇超声清洗过的 Ti 靶放入溶液中, 斜靠着器壁放置, 通过激光照射到靶材的表面, 同时调整焦点到石英容器器壁距离, 在水溶液中进行反应即可, 反应完成之后可得淡蓝色 TiO₂ 胶体溶液。本发明方法工艺简单易操作, 绿色环保, 反应过程中无需使用对环境有污染的复杂化合物做前驱体, 可以通过改变靶材与溶剂种类、激光能量密度、烧蚀时间等条件制得不同尺寸不同形貌的产物。



1. 一种制备核壳结构二氧化钛纳米颗粒的方法,步骤如下:

(1) 先将钛靶表面用砂纸打磨,然后分别在去离子水和无水乙醇中超声清洗 1h,然后把钛靶放入石英容器中,用去离子水浸过钛靶,钛靶竖直放置于石英容器中;其中钛靶的纯度为 99.9%以上;

(2) 打开激光器,调节反射镜,使得激光光线垂直通过透镜和石英容器的侧壁,然后照射到钛靶表面;其中所用激光波长为 532nm,频率 10Hz,脉冲持续时间为 10ns;

(3) 调整石英容器和钛靶位置,使得激光在钛靶表面的照射点刚好位于激光光线的焦点处;

(4) 开启磁力搅拌器,在搅拌条件下进行反应 30 分钟到 3 小时,即可制得核壳结构二氧化钛纳米颗粒。

2. 根据权利要求 1 所述的制备方法,其特征在于所述的步骤 (3) 中调整激光在靶材上的照射点刚好在激光焦点处,而且此位置距离石英容器侧壁的距离为 1-2.5cm。

一种制备核壳结构二氧化钛纳米颗粒的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及无机材料二氧化钛 (TiO_2) 的制备领域,尤其是二氧化钛核壳结构的制备方法。

背景技术

[0002] 二氧化钛 (TiO_2) 是一种重要的宽禁带半导体氧化物材料,常温下其带隙为 3.2eV。因其独特的光电性能,使其在光催化、太阳能电池、环境处理及化妆品等领域都有广泛的应用前景。目前制备二氧化钛的主要方法分为气相法和液相法两类。其中气相法包括:高温溅射沉积法 (SPD)、等离子体法、分子束取向生长法、高频无线电溅射法等。液相法包括:水热法、溶胶-凝胶法、微乳液法等。近来,激光液相烧蚀法 (PLAL),作为一种新兴发展起来的制备纳米颗粒的方法,由于其操作简单、绿色环保、形貌成分可控、适用范围广等优点而得到越来越多科研工作者的关注和研究。

发明内容

[0003] 本发明的目的是提供一种工艺简单,绿色环保,可控的制备核壳结构二氧化钛纳米颗粒的方法。

[0004] 本发明制备核壳结构二氧化钛的方法,采用了激光液相烧蚀 (PLAL) 法,步骤如下:

[0005] (1) 先将钛靶表面用砂纸打磨,然后分别在去离子水和无水乙醇中超声清洗 1h,然后把钛靶放入石英容器中,用去离子水浸过钛靶;本发明中的钛靶的纯度为 99.9% 以上;

[0006] (2) 打开激光器,调节反射镜,使得激光光线垂直通过透镜和石英容器的侧壁,然后照射到钛靶表面;本发明为了避免激光直接通过反应溶液垂直照射导致的液体飞溅,实验中调整激光光束通过石英容器的侧壁再照射到靶材表面,钛靶竖直放置或者垂直放置于石英容器中;实验中所用激光波长为 532nm,频率 10Hz,脉冲持续时间为 10ns。

[0007] (3) 调整石英容器和钛靶位置,使得激光在钛靶表面的照射点刚好位于激光光线的焦点处;

[0008] (4) 开启磁力搅拌器,在搅拌条件下进行反应 30 分钟到 3 小时,即可制得核壳结构二氧化钛纳米颗粒。

[0009] 作为优选,上述制备方法步骤 (3) 中调整激光在靶材上的照射点刚好在激光焦点处,而且此位置距离石英器壁的距离为 1-2.5cm。

[0010] 有益效果:本发明制备过程中,无需复杂的对环境有污染的有机及无机试剂,只需要使用去离子水作为反应体系,就可制备颗粒形貌和尺寸可控的核壳结构纳米颗粒。

附图说明

[0011] 图 1 是用本发明方法制备的装置结构示意图;

- [0012] 图 2 是用本发明方法制得的二氧化钛核壳结构纳米颗粒的 EDS 分析结果；
- [0013] 图 3 是用本发明方法制得的二氧化钛核壳结构颗粒的透射电镜图片；
- [0014] 图 4 是用本发明方法制得的二氧化钛核壳结构纳米颗粒的紫外可见和荧光光谱。

具体实施方式

[0015] 以下结合实例进一步说明本发明。

[0016] 实施例 1

[0017] 反应容器使用石英玻璃制造,尺寸为:50mm*48mm*29mm,器壁厚度 2mm。调整激光光路使其照射到 Ti 靶材(纯度为 99.99%)表面。将钛靶分别用去离子水与无水乙醇超声清洗 1h,用量筒量取 24ml 去离子水,倒入石英容器中,实验装置如图 1 所示。打开激光器 532nm 光源,调整激光照射点位置,控制激光焦点在钛靶表面,同时调整钛靶放置位置,使得焦点距离石英容器侧壁距离 1.5cm,烧蚀 3h。烧蚀过程中每隔半小时改变一次照射点位置。最后将胶体溶液离心干燥得到粉体产物。图 2 所示为所得产物 EDS 分析结果,从结果可以看出所得产物为 TiO_2 。图 3 所示为所得产物的透射电镜图像,从图中看出得到了核壳结构二氧化钛纳米颗粒,一个大的二氧化钛纳米颗粒表面包裹了一层尺寸较小的二氧化钛纳米颗粒。图 4 所示为所得胶体溶液的紫外-可见与光致发光谱图。从图中可以看出所得产物在 250nm 的紫外区有吸光,在 350nm 和 384nm 左右存在两个发光峰。

[0018] 实施例 2

[0019] 将钛靶分别用去离子水与无水乙醇超声清洗 1h 备用。然后量取 18ml 去离子水,倒入石英容器中,将钛靶放置其中。打开 Nd:YAG 激光器 532nm 波长激光,调整激光照射点位置,烧蚀 2h,烧蚀过程中每隔 15min 改变一次照射点位置。最后将胶体溶液离心干燥得到粉体产物。所得产物进行 EDS、透射电镜、紫外-可见、荧光等测试均与实例 1 相同。

[0020] 实施例 3

[0021] 实验前将钛靶分别用去离子水与无水乙醇超声清洗 1h,用量筒量取 10ml 去离子水,倒入石英容器中,打开激光器,通过调节石英容器和靶材位置来调整激光照射点位置,烧蚀 1.5h。最后将胶体溶液离心干燥得到粉体产物。所得产物进行扫描电镜、EDS、透射电镜、荧光、紫外可见等测试均与实例 1 相同。

[0022] 实施例 4

[0023] 首先将钛靶分别用去离子水与无水乙醇超声清洗 1h,用量筒量取 32ml 去离子水,倒入石英容器中。打开激光器,调整激光照射点位置,烧蚀 3h,烧蚀过程中每隔 15min 改变一次照射点位置。最后将胶体溶液离心干燥得到粉体产物。所得产物分别进行透射电镜、EDS、紫外可见、荧光等测试均与实例 1 相同。

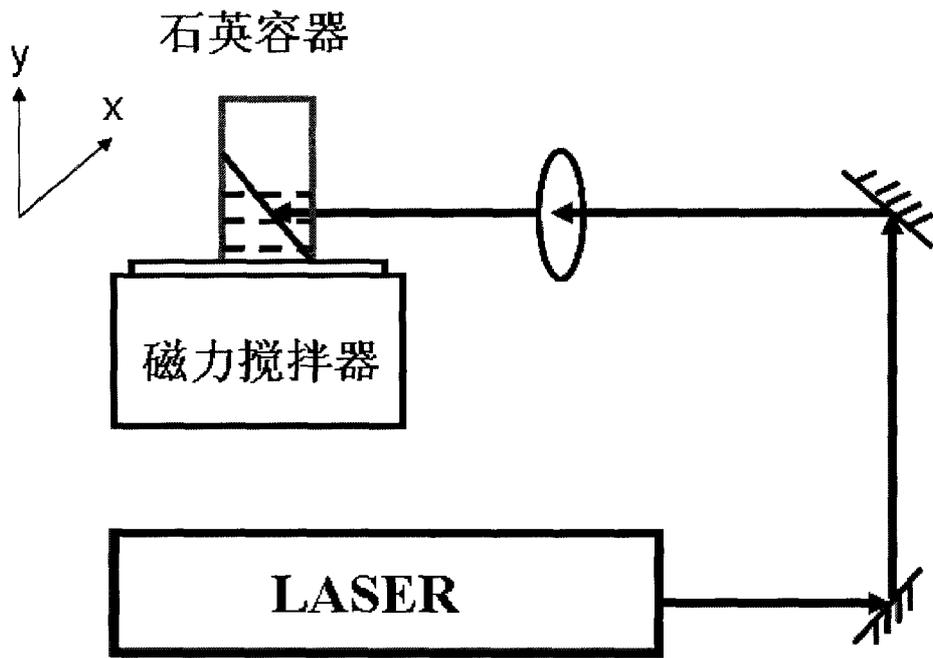


图 1

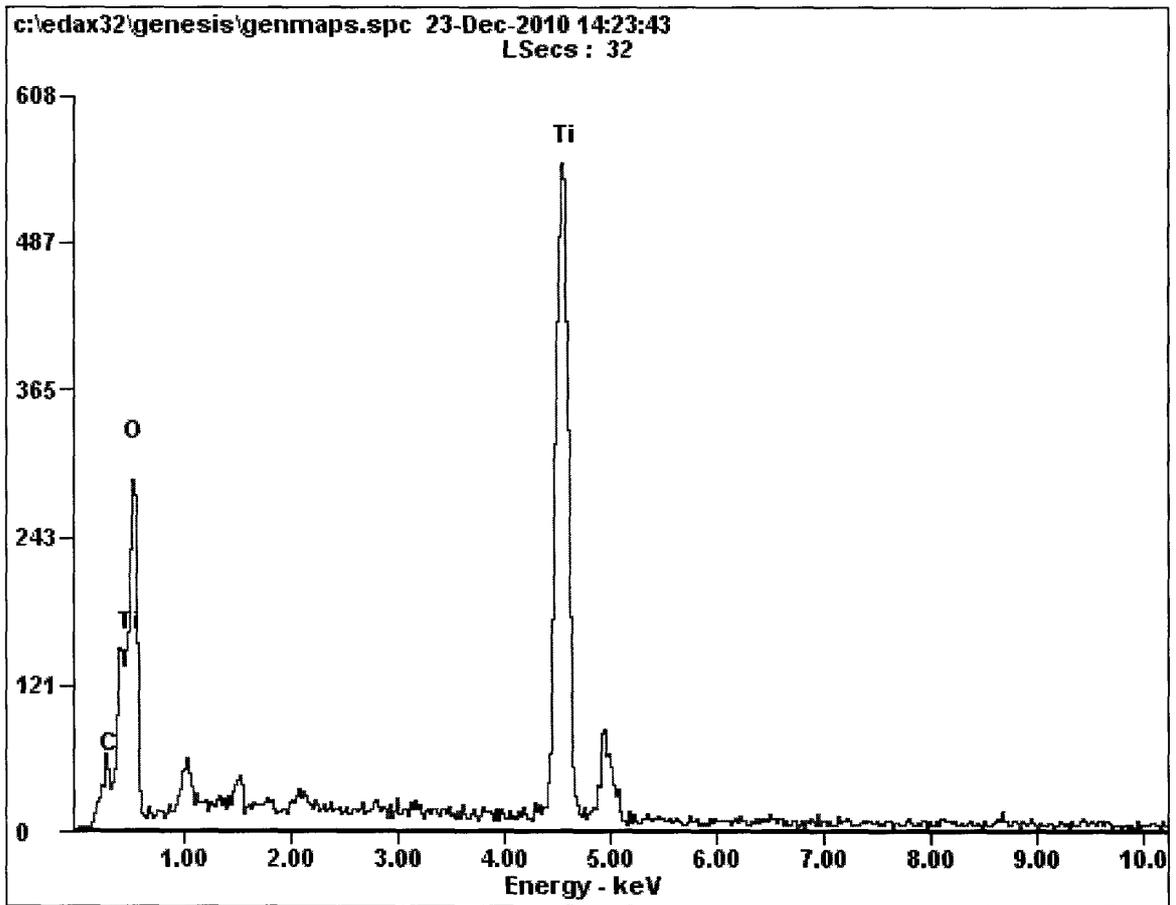


图 2

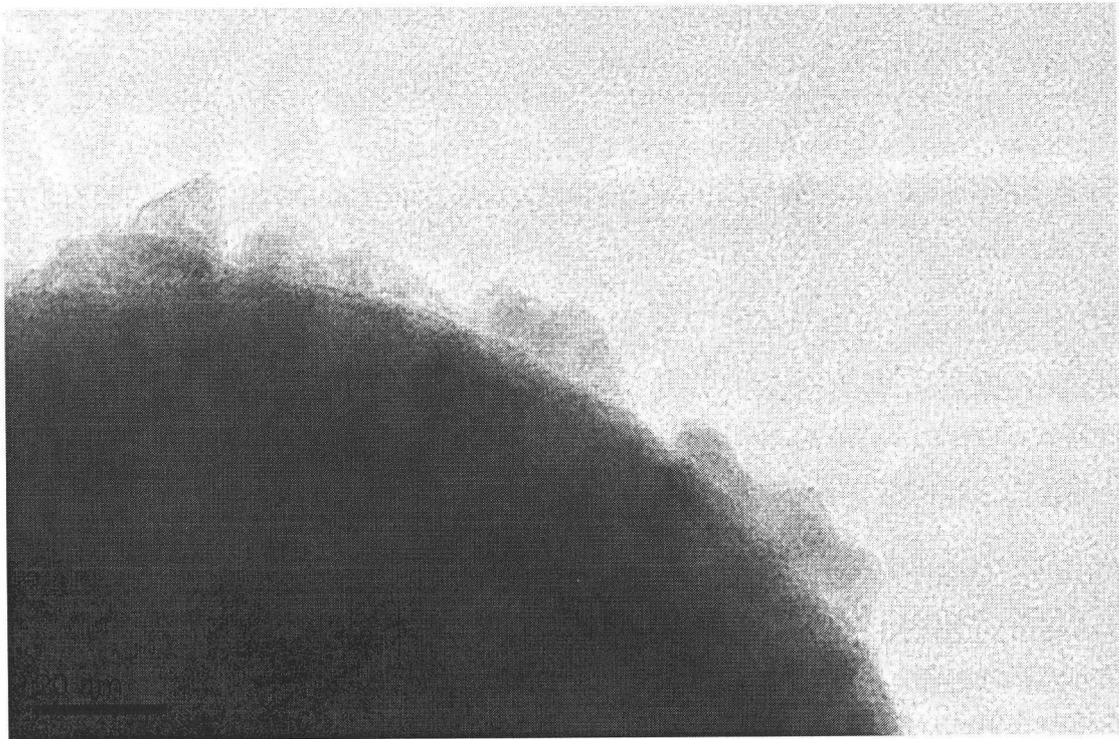
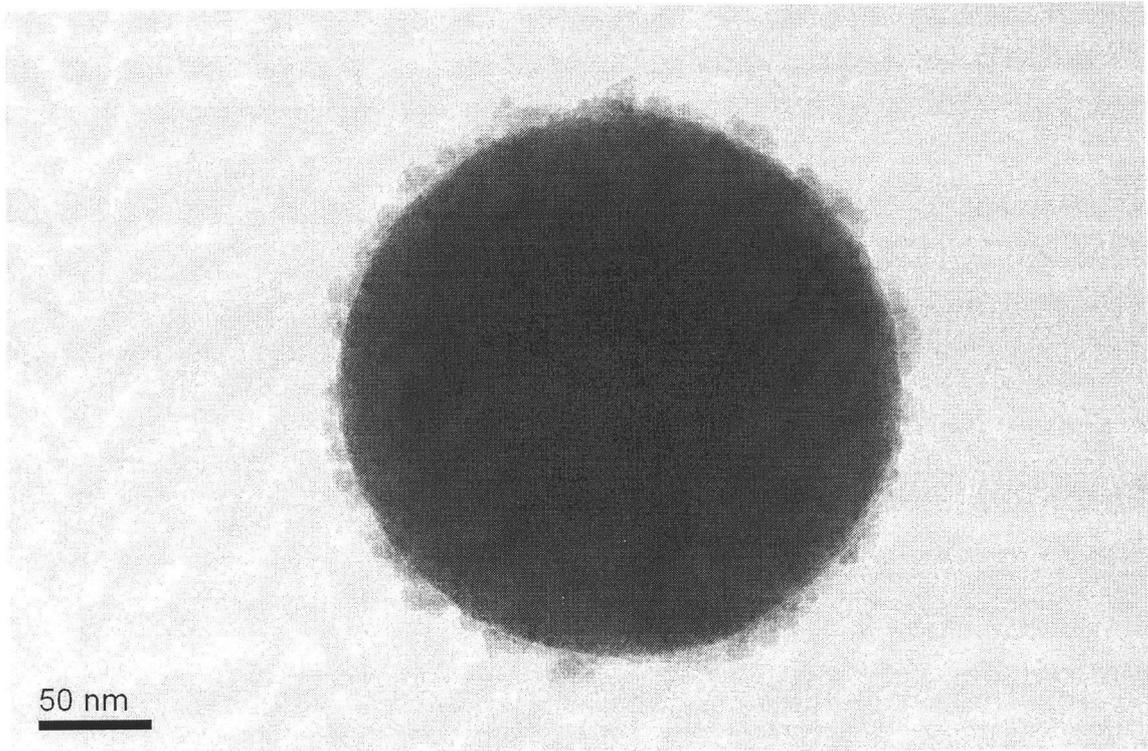


图 3

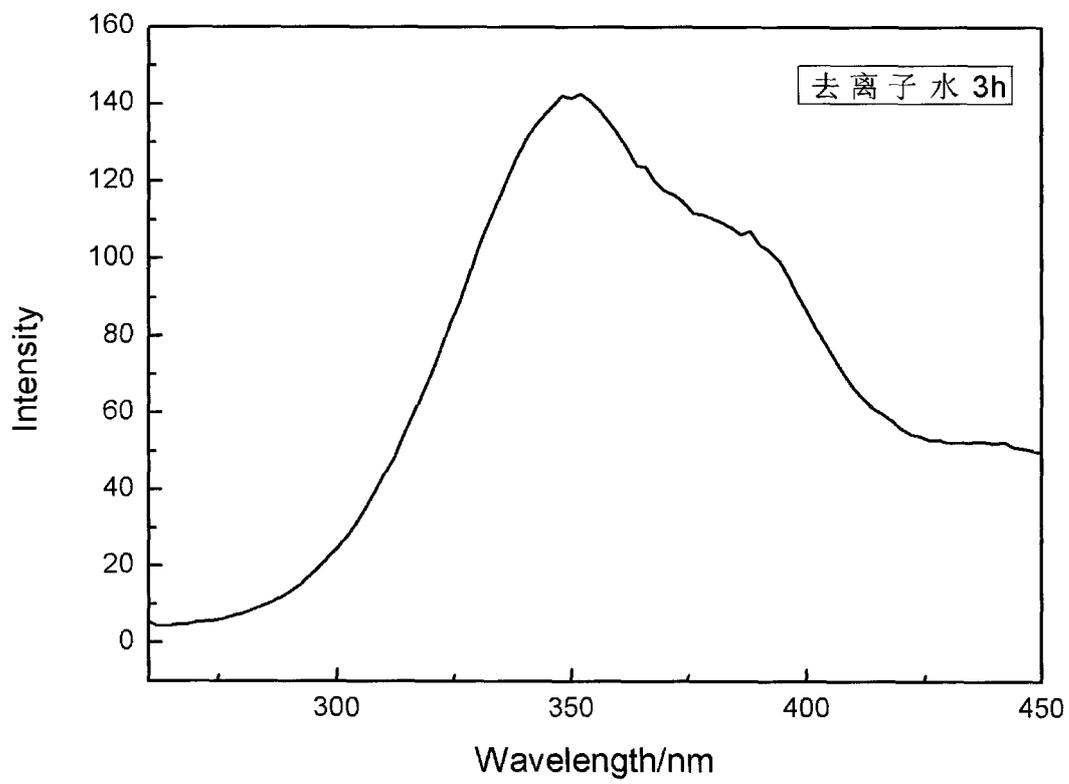
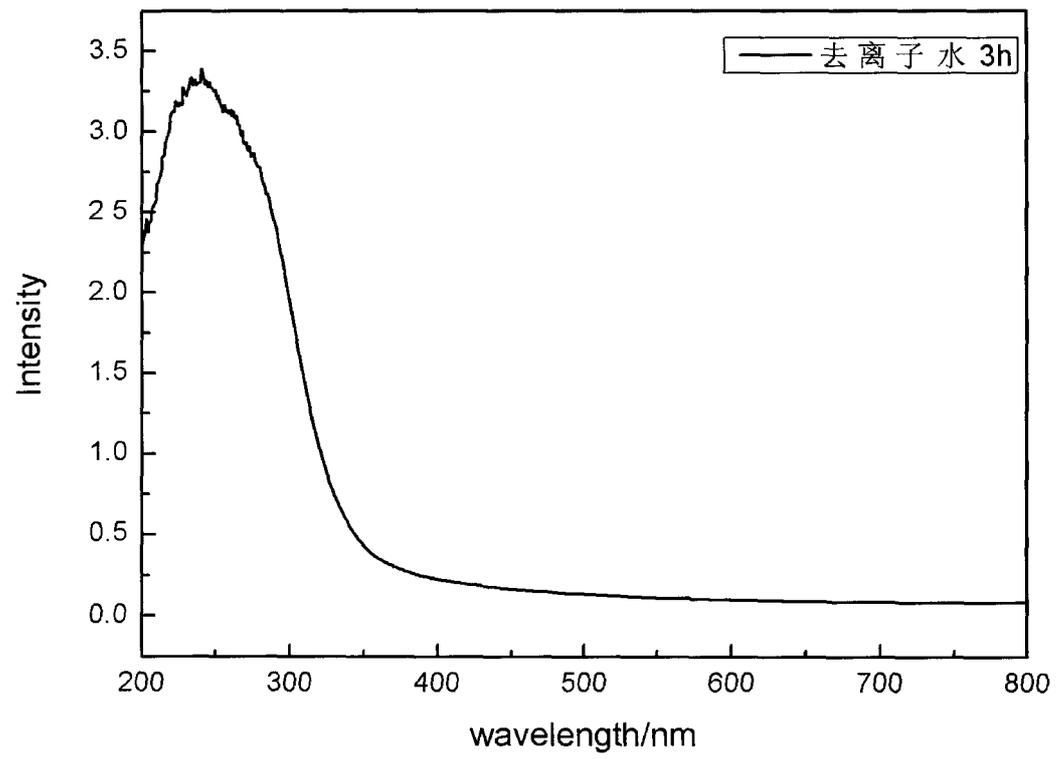


图 4