

纳米晶 TiO_2 超细粉的研制^{*}

尹荔松 周歧发 唐新桂 林光明 张进修
(中山大学超细材料研究中心, 广州 510275)

关键词 纳米晶,溶胶-凝胶法,超细粉
分类号 TQ 174. 758

二氧化钛 (TiO_2) 是一种重要的无机功能材料,具有湿敏、气敏及光催化等功能,也是制备铁电 PZT 陶瓷、 BaTiO_3 陶瓷的主要原料之一. 特别是随着精细化工和精密电子陶瓷材料研究的进展,对超细和高纯的 TiO_2 材料需求量越来越大. 我们在采用溶胶-凝胶工艺制备的 TiO_2 纳米晶超细粉,经测试分析表明,产品的主要性能已达到或超过国外同类产品的水平.

(1) 颗粒及晶粒大小分析. 用 D/max-III A 型 χ 射线衍射仪对用传统方法制备的 TiO_2 粉末和用溶胶-凝胶方法制备的 TiO_2 干凝胶经不同热处理温度后的粉末进行了测试. 由 χ RD 分析可知,传统方法制得的 TiO_2 其衍射峰杂乱,平均晶粒尺寸大,且尺度分布较宽. 而用溶胶-凝胶法制得的粉末,其平均晶粒尺寸较小,且尺寸分布较窄. 不同热处理温度的 TiO_2 粉末的 χ RD 曲线分析也表明,随着热处理温度的提高,晶粒尺寸逐渐增大,并在 550°C 时粉末从锐钛矿结构向金红石结构转变,其转变温度较低. 具体结果见表 1.

表 1 不同条件下 TiO_2 的平均晶粒尺寸大小

Tab. 1 Average grain size of powders calcined at various temperatures

制备方法	溶胶-凝胶法						传统方法
	300°C	450°C	500°C	550°C	650°C	750°C	
晶粒大小 /nm	4. 2	10. 7	13. 1	19. 3	26. 6	39. 8	121. 5

用透射电镜分析,其颗粒大小也在 10~ 30 nm 范围内,平均颗粒大小为 22 nm,颗粒分布均匀,大部份粒子呈现球形或椭球形. 图 1 为 TiO_2 干凝胶粉末经 450°C 处理后的扫描电镜照片,同样也可以看出,颗粒细小而呈现出球形. 由于颗粒太小,用 SEM 方法分析时制样存在困难,所以表现出有颗粒的团聚形为,详细的解团分散工作正在研究之中.

(2) 纯度分析. 用 ICP 等离子光谱对二氧化钛超细粉的杂质含量进行了分析,结果见表 2. 从表中可以看出,样品的纯度高达 99. 94%,超过国内厂家的技术要求 99. 8%,特别是经

^{*} 广州市科委重点科研和中科院上海硅酸盐研究所无机功能材料开放基金资助项目

收稿日期: 1997-04-07 尹荔松,男,26岁,硕士

过进一步控制水解 聚合条件后 ,增加洗涤次数或控制酸碱度 ,可望降低氯离子的含量 ,对提高产品的质量将会有更大的帮助 .

表 2 TiO₂ 超细粉纯度分析 /10⁻⁶

Tab. 2 Purenness analysis of TiO₂ Ultrafine powder

元素	Cl ⁻	Na ₂ O	Fe ₂ O ₃	Li ₂ O	Mg	Al ₂ O ₃
含量	100	38	35	40	/	/

分析结果可见 ,通过溶胶 凝胶方法制备的二氧化钛超细粉具有纯度高 ,粒径小 ,分布窄等特点 ,是适合工业生产的理想原料 .

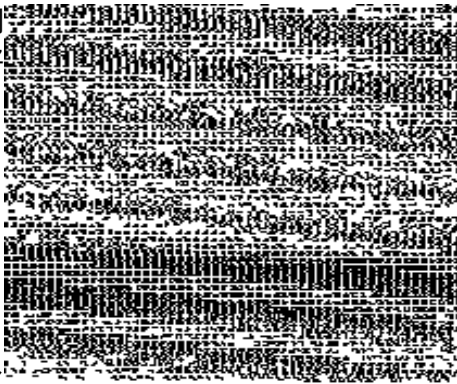


图 1 TiO₂ 粉末的 SEM 照片

Fig. 1 Scanning electron micrograph of the TiO₂ powder

Study on Ultrafine Ceramic Powder of Nanocrystalline TiO₂

Yin Lisong^{*} Zhou Qifa TangXingui Lin Guangming Zhang Jinxiu

Abstract The ultrafine ceramic powder of nanocrystalline TiO₂ are successfully prepared by the Sol-gel technique. Average particle size of the powder is 22 nm, and the grain size is in the range from 5 to 40 nm. These powders possess very high purity(99. 947%). Results indicate that the technique may provide a broad use for improving the quality of ceramic ultrafine powder.

Keywords nanocrystalline, Sol-gel, ultrafine powder