# 球形纳米氧化锆的模板法制备技术

来源：网络 作者：九曲桥畔 更新时间：2024-01-05

*氧化锆是一种重要的结构和功能材料，它具有非常优异的物理及化学性质，以下是小编搜集的一篇探究氧化锆模板法制备技术的论文范文，欢迎阅读借鉴。 1引言 氧化锆的高温稳定性和隔热性最适合做陶瓷涂层和高温零部件，他特殊的晶体结构使之成为重要的电...*

氧化锆是一种重要的结构和功能材料，它具有非常优异的物理及化学性质，以下是小编搜集的一篇探究氧化锆模板法制备技术的论文范文，欢迎阅读借鉴。

1引言

氧化锆的高温稳定性和隔热性最适合做陶瓷涂层和高温零部件，他特殊的晶体结构使之成为重要的电子材料[2].而陶瓷材料的优越性能依赖于粉体的性能，纳米粉体的应用不仅与氧化锆的纯度、结构有关，而且粉体的粒度、分散性、形貌对粉体的应用也具有较大的影响。其中球形且单分散的粉体所制备陶瓷材料具有低的烧结温度、高的致密性及均匀的微观结构而被引起广泛关注[3-4].通常制备氧化锆颗粒的方法有共沉淀法[5-7]、水热合成法[8]、微乳法[9-11]及模板法[12].特别是模板法，因其反应条件温和、所制备的粉体形貌可控、模板易去除等优点而被关注。丁汉民[13]采用TritonX-100/n-C10H21OH/H2O为模板制备不同形貌的葡萄糖锌粉体，并讨论模板的组成、体系温度、反应物温度对所制备的粉体形貌的影响。F.G.Freitas[14]利用溶致液晶模板的六角相制备的不同陶瓷材料，并对所制备的材料形貌进行调控，使其定向生长。Santos[15]在溶致液晶六角相中直接成核，制备了氧化锆晶须。

从目前研究的结果看以看出，采用模板法可以制备纳米材料[16-17],模板法多采用离子型表面活性剂或非离子型表面活性剂单一的表面活性剂组装，并采用其构建的模板合成了纳米Si、Pbs、Cus、Hgs等材料。

而采用混合型的表面活性剂组装成模板较少，而采用TritonX-100/SDS/H2O为模板法制备球形的氧化锆粉体未见报道。采用TritonX-100/SDS/H2O体系的层状相成功合成了球形纳米氧化锆粉体，并在低温(600℃)烧结时形成立方相的氧化锆。首先确定TritonX-100/SDS/H2O体系的层状相区，讨论反应物的加入对模板层状相区稳定性的影响，采用稳定模板通过控制反应物浓度最终获得球形纳米氧化锆，并进行形貌和结构等表征及其机理分析。制备的球形氧化锆粉体有望用于制备陶瓷材料等方面降低烧结温度、增加陶瓷强度，有待做进一步研究。

2实验

2.1实验试剂

2.2样品的制备及表征2.2.1TritonX-100/SDS/H2O体系模板的制备。配制不同浓度的十二烷基硫酸钠(SDS)溶液，按一定配比与曲拉通混合、配制一系列不同组成的样品，搅拌、离心，两个步骤反复进行，使样品体系充分混匀。由于表面活性剂粘度较大，混匀过程往往需要较长时间，也可以对混合物稍稍加热(恒温55℃)，在其流动性增加的基础上对其进行混匀，将混匀的样品在25℃恒温放置24h.观察液晶样品外观，包括流动性、均匀性及分相程度，记录观察现象。样品的双折射性可通过偏光显微镜(两个垂直正交的偏光片)进行初步观测，更为精确的织构则由佩戴CCD的偏光显微镜测得。取少量液晶样品，置于载玻片与盖玻片之间，在偏光显微镜下观察并记录其织构图像。

2.2.2氧化锆(ZrO2)纳米粉体的制备

模板法制备氧化锆纳米粉体步骤如下：(1)配制不同浓度的ZrOCl28H2O及氨水溶液，标定后以备使用;(2)在溶致液晶层状相区内取点，将一定量的ZrOCl28H2O及氨水溶液代替组分水;(3)将TritonX-100/SDS/ZrOCl28H2O及TritonX-100/SDS/NH3H2O两体系充分震荡混合后在恒温水浴下恒温;(4)在高速离心机下离心，采用乙醇及水洗涤粉体，洗涤数次，直到完全不存在Cl-;(5)100℃下在真空干燥箱内干燥8h;(5)以5℃/min在马弗炉内600℃煅烧。

2.2.3粉体的观察与表征

体系的织构图像采用ceiss(AxioScope.A1)显微镜观察。氧化锆的晶型用JapaneseD/MAX2500VB型粉末X衍射仪(Cu靶，Ka=0.15404nm)分析在600℃温度下所得粉体的物相;粒径及粒度分布采用NanoZS90进行测定;形貌用JEM-200CX型透射电镜对粉体的形貌、颗粒度大小及团聚状况进行观察;用PT1600型热分析天平进行热重分析，测定升温反应过程中样品的质量变化。FT-IR光谱由美国Nicolet傅立叶-红外(FT-IR)光谱仪(Nexus)分析测定。

3结果与讨论

3.1SDS/TritonX-100/H2O三元体系的相行为

图1给出了25℃时SDS/TritonX-100/H2O三元体系的部分相图。从图1上可以看到，在远离TritonX-100轴的一侧存在一个范围层状液晶区域，对应SDS含量约为13.5%~70%,对应H2O含量约为10%~50%,对应的右图为层状相区典型的十字花纹织构。

3.2TritonX-100/SDS/H2O层状液晶体系相结构的稳定性

3.2.1TritonX-100/SDS/NH3H2O层状液晶体系的稳定性

由于向溶致液晶的水层区域引入了溶液，溶液可能对溶致液晶结构产生一定的影响。首先对反应物加入后液晶的织构进行了表征。图2(a)-(d)分别为相同的TritonX-100/SDS/H2O三者比例(2.468/20.126//77.406)，以质量浓度6.25%,8.3%,12.5%,25%的氨水替代组分水的偏光显微照片(POM)。从POM图中可以看出溶致液晶呈现各向异性，显示出明显的十字花形双折射效果，这是层状液晶的特征织构，表明氨水加入量对液晶的层状结构整体并没有影响，当浓度小于25%时并未受到破坏，也保证了纳米粒子被组装时能够复制模板的结构，当加入的氨水浓度大于25%时影响了模板的稳定性，破坏了模板的层状结构。

3.2.2TritonX-100/SDS/ZrOCl28H2O体系层状液晶体系的稳定性

图3(a)-(d)分别为相同的TritonX-100/SDS/H2O(2.468/20.126/77.406)三者比例，加入不同浓度的氯氧化锆0.5,1.0,1.5和2mol/L的POM照片，当氯氧化锆浓度小于1.5mol/L时照片中有条纹织构和十字花织构，说明这些体系有层状液晶结构存在，氯氧化锆的加入量在此范围内不影响溶致液晶的微观结构，但是改变氯氧化锆的浓度，当浓度增大到2mol/L时，液晶会呈现乳脂状并且不透明，这可能是氯氧化锆的浓度大，水渗透到溶致液晶的层间，导致氯氧化锆到达饱和度析出，一定程度上影响了溶致液晶的微观结构。

3.3氯氧化锆浓度对所制备粉体粒径的影响

为了考察氯氧化锆溶液的浓度对做制备纳米氧化锆粒径的影响，固定三者比例TritonX-100/SDS/H2O(2.468/20.126/77.406)以氯氧化锆代替组分水，氨水浓度为12.5%,氯氧化锆的浓度分别为0.5,1.0,1.5和2.0mol/L所制备的粉体的粒径与浓度的关系见图4.

从图4可以看出，随着氯氧化锆浓度的增大，所制备的粉体粒径增大，可能的原因是虽然氯氧化锆与氨水均溶于表面活性剂的水层中而不溶于表面活性剂层，反应限制在二维水层中，溶致液晶长程上表面活性剂层、水层相间周期排列限制了产物在长程上的生长，但浓度增大在水层中成核和晶体生长速度增大，影响所制备纳米粉体的粒径。当氯氧化锆浓度增大到2mol/L,模板的稳定性受到破坏，二维水层的限制力减小，粒径变大。

3.4氨水浓度对所制备粉体粒径的影响

为了考察氨水的浓度对所制备的氧化锆粒径的影响，固定TritonX-100/SDS/H2O三者比例为2.468/20.126/77.406,氯氧化锆的浓度为1mol/L,分别将浓度为25%,12.5%,8.3%和6.25%的氨水替代组分水，所制备的粉体的粒径与氨水浓度的关系。从图5可看出，粉体的粒径随着氨水的浓度增大呈现增大趋势，在上面我们讨论过氨水的浓度在这个范围内，不影响模板的稳定性，模板仍保持完整性，可能导致粒径变大的原因是，反应体系的pH值大，更接近所制备粉体的等电点，导致制备的粉体更易团聚，粒径增大。

3.5样品的表征

采用TritonX-100/SDS/H2O三者比例(2.468/20.126/77.406)的模板，氯氧化锆浓度为1.0mol/L,氨水浓度为6.25%,制备样品A,将所制备的样品A前驱体在80℃下干燥12h,所得粉体做TG/DSC测试，结果如图6所示。图6差热可以看出氧化锆前驱体均在113℃左右出现尖锐的吸热峰并伴有较大失重，这主要是粉体中物理结构水和化学吸附水挥发引起的。

在313℃左右有放热峰的出现并伴随失重，是粉体中有机物燃烧放热导致的。从图中热重可以发现，氢氧化锆前驱体在250℃以后仍然有持续的失重，而且这一趋势保持到400℃以后，总体失重达到30%.氢氧化锆前驱体在加热过程中开始晶化的温度(550℃)，故前驱体的煅烧温度确定在600℃。

为了考察模板的脱除情况，对煅烧前后的样品进行了红外图谱测定。图7为600℃煅烧前的样(a)和煅烧后的样(b)的红外图谱。图7(b)中3441cm-1被认定为O-H伸缩振动吸收峰，而2932.0和2850.6cm-1为-CH2-的反对称和对称伸缩振动，1465.8cm-1烷基链的剪式振动;1051.1cm-1为-CH2CH3-的特征吸收峰在煅烧后消失，说明表面活性剂在煅烧后能够除去。因此，煅烧温度确定为600℃。

图8为制备的粉体在600℃下煅烧的XRD衍射图，通过XRD对样品进行分析，样品为立方相的氧化锆，晶格常数a=0.5313nm,b=0.5213nm,c=0.5147nm,=99.22,与标准卡片PDF03-0640的峰形完全一致，在图中没有发现其它杂峰，并且样品具有很好的纯度及结晶度。用扫描及透射电镜观察其形貌照片分别见图10及图11,可以看出粉体的粒径成球形并分布均匀，基本无团聚，图颗粒尺寸约为15~30nm.

3.6机理分析

根据POM对溶致液晶的表征结果以及TEM、SEM对氧化锆样品的表征结果，分析层状液晶中制备纳米结构氧化锆的示意图如图11所示。纳米粒子在复制层状液晶微观结构后，位于不同层的薄片状粒子堆叠并在表面活性剂的作用下自组装成球形结构。

4结论

利用TritonX-100/SDS/H2O体系层状模板法，以氯氧化锆及氨水为原料制备了球形纳米氧化锆，具有立方相结构，且具有纯度高和分散性好等特点，平均直径约为15~30nm.使用POM对溶致液晶进行表征发现，一定范围内改变溶致液晶中无机源浓度，溶致液晶相仍是各向异性的，呈现层状液晶特有的油纹状织构，表明溶致液晶相均在层状相区，且离子浓度的改变并未破坏溶致液晶。氯氧化锆及氨水浓度影响所制备的样品的粒径，样品粒径随着氯氧化锆及氨水浓度增大而增大。

本DOCX文档由 www.zciku.com/中词库网 生成，海量范文文档任你选，，为你的工作锦上添花,祝你一臂之力！