

溶胶—凝胶法制备纳米氧化镁研究

宋士涛^{1,2}, 邓小川¹, 孙建之^{1,2}, 马培华¹, 闫春燕^{1,2}, 魏述彬^{1,2}

(1. 中国科学院青海盐湖研究所, 青海 西宁 810008;

2. 中国科学院研究生院, 北京 100039)

摘要:以硝酸镁和硬脂酸为原料,用溶胶—凝胶(Sol—Gel)法制备得到了纳米氧化镁微粒,并用热重(TG)分析、X—射线粉末衍射(XRD)、红外光谱(IR)和透射电镜(TEM)等对该纳米微粒的结构与形貌进行了表征。结果表明,控制 $Mg(NO_3)_2$ 和 $CH_3(CH_2)_{16}COOH$ 物质的量比为1:4,在90℃反应20 min并于360℃热处理4 h,得到立方相氧化镁纳米微粒,形貌为椭球体,分散性好,平均粒径约为33 nm。

关键词:溶胶—凝胶法; 纳米微粒; 硬脂酸; 氧化镁

中图分类号: O611.62

文献标识码: A

文章编号: 1008—858X(2005)03—0038—03

0 引言

纳米微粒表面原子比例高,具有独特的体积效应、表面效应、量子尺寸效应和宏观隧道效应,已在电子材料、磁性材料、光学材料以及传感器材料等方面得到了越来越广泛的应用。MgO纳米微粒,由于其颗粒细微化而呈现出的特殊功能,越来越受到人们的重视。纳米MgO可用来制造各种各样的制品^[1],采用MgO纳米微粒可实现低温烧结,并缩短烧结时间,制成致密度高的纳米陶瓷,有望开发为高温高腐蚀气氛等苛刻条件下的尖端材料^[2,3]。另外,纳米氧化镁作为ZrO₂、Al₂O₃等纳米微粒的烧结助剂和稳定剂,可获得高质量的纳米陶瓷材料^[4,5];纳米MgO微粒还可作为油漆、纸张及化装品的填料,塑料和橡胶的填充剂和补强剂以及各种电子材料的辅助材料^[6]。近年来,纳米MgO的制备方法有所进展,已报道有气相法、金属醇盐水解法和均相沉淀法^[6]等。本文以硬脂酸为分

散剂,采用溶胶—凝胶法制备了纳米MgO,用TG、XRD、TEM等对样品的结构和形貌进行了表征,并通过IR图谱测量技术对其基团震动规律及纳米奇异性进行了分析。

1 实验

实验原料硝酸镁、硬脂酸(均为分析纯)。按物质的量比1:4称取硝酸镁和硬脂酸,将硝酸镁加入到熔融的硬脂酸中,于90℃加热、搅拌,反应20 min后得到浅黄色透明溶胶,然后自然冷却至室温得到凝胶。将该凝胶置于马弗炉中灼烧,得到白色MgO纳米微粒。

干燥后的凝胶进行热重(TG)分析,了解分解过程中反应进程;煅烧后的产物用X—射线粉末衍射(XRD)分析鉴定相组成,并用透射电镜(TEM)观察粒子形貌及大小。采用红外光谱研究纳米氧化镁微粒的红外谱学特征。

2 结果与讨论

收稿日期: 2005—01—16

基金项目: 国家科技攻关计划项目(2001BA602B—01)

作者简介: 宋士涛(1978—),男,博士生,无机化学专业。

2.1 热稳定性分析

前驱体凝胶的煅烧是合成纳米 MgO 的关键步骤。煅烧温度太低, $\text{Mg}(\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2)_2$ 不能完全分解; 温度过高, 会使 MgO 粒子长大。因而在保证 $\text{Mg}(\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2)_2$ 煅烧完全的基础上, 煅烧温度越低越好。图 1 为所得前驱体凝胶的 TG 曲线。由图可知, 凝胶的分解过程中有两个失重台阶, 分别处在 $70\sim 250^\circ\text{C}$ 和 $280\sim 500^\circ\text{C}$, 前者是由于凝胶脱除吸附水及未反应的硬脂酸燃烧所致, 后者为 $\text{Mg}(\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2)_2$ 的分解。

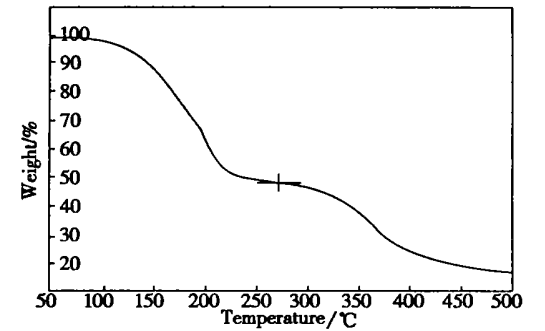


图 1 凝胶的 TG 曲线
Fig. 1 TG curve of the gel

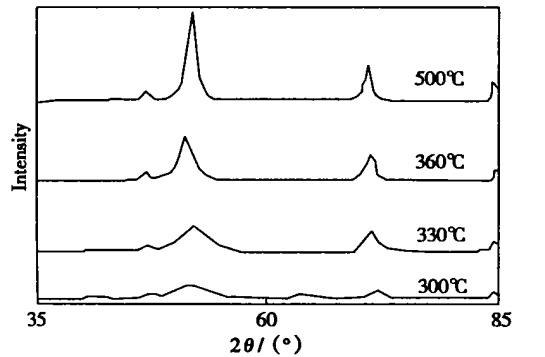


图 2 MgO 纳米微粒的 X—射线衍射谱图
Fig. 2 XRD pattern of nanometric MgO powder

2.2 物相分析

图 2 为所得凝胶于 300°C 、 330°C 和 360°C 和 500°C 下煅烧 4h 所得 MgO 纳米微粒的 XRD 图谱。由图可以看出, 300°C 煅烧 4h, 非晶成分较多, 随着热处理温度的升高, XRD 峰强度增加, 峰形变尖, 粒子向晶型发生转变。 360°C 、4h

时, 产品的衍射峰已相当尖锐, 结晶性良好, 其 d 值与标准衍射卡 4-829 基本一致, 为立方晶系结构 MgO, 且纯度很高。 500°C 、4h 时, 结构完整。

2.3 形貌及粒径分析

图 3 为凝胶 360°C 煅烧 4h 所得 MgO 纳米微粒的 TEM 照片。由图可见, 所得纳米 MgO 分散性良好, 颗粒大小为 $15\sim 45\text{nm}$ 左右, 平均粒径 33nm , 形貌为椭球体。

2.4 红外光谱分析

图 4 为 MgO 块状材料与纳米微粒的红外光谱图。由图可以看出, MgO 纳米微粒的 IR 谱带比块状材料宽, 且有明显的红移现象。这说明在立方相纳米微粒中存在纳米悬空键, 因此 MgO 纳米微粒呈现出许多特异功能, 成为新型高功能材料。

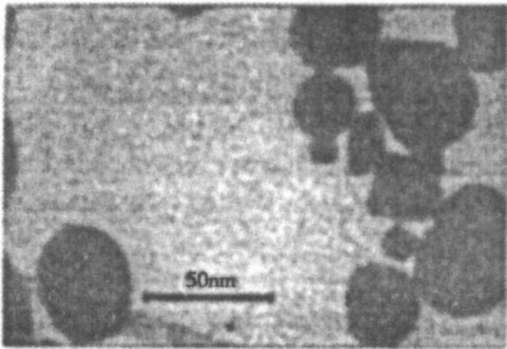


图 3 MgO 纳米微粒的 TEM 照片
Fig. 3 TEM photograph of nanometric MgO powder

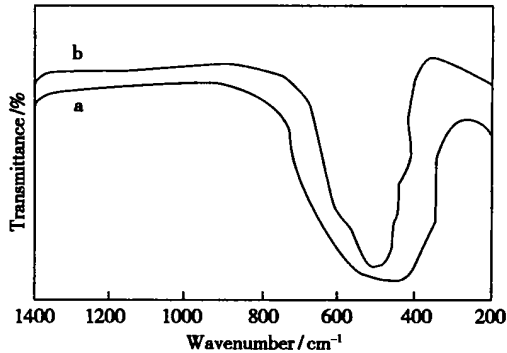


图 4 MgO 纳米微粒的限 IR 图谱
a 纳米材料; b 块状材料
Fig. 4 IR curves of nanometric MgO powder

4 结 论

(1) 本文以硬脂酸为分散剂, 用溶胶—凝胶 (Sol—Gel) 法制备得到了纳米氧化镁, 该法具有操作简单, 反应过程易于控制, 产品粒径分布窄等优点。

(2) 所得纳米 MgO 纳米微粒的粒径在 15 ~ 45nm 之间, 平均粒径为 33nm、形貌为椭球体、立方晶型且分散性好。煅烧条件: 360 ℃、4h。

参考文献:

[1] 尾崎义治, 赵修建, 等. 超微颗粒导轮[M] . 武汉: 武汉工

业大学工业出版社, 1991.

[2] 田明原, 等. 纳米陶瓷与纳米陶瓷粉末[J] . 无机材料学报, 1998, 13(2) : 129.
[3] 张淑云. 高纯度高密度氧化镁烧结体[J] . 无机盐工业, 1994, (4) : 19.
[4] 李世普. 特种陶瓷工艺学[M] . 武汉: 武汉工业大学工业出版社, 1990.
[5] 张立德, 牟季美. 纳米材料学[M] . 沈阳: 辽宁科学技术出版社, 1994. 303.
[6] 张近. 均相沉淀法制备纳米氧化镁的研究[J] . 功能材料, 1999, 30(2) : 193.

Preparation of Nanometric MgO by the Sol—Gel Method

SONG Shi-tao^{1,2}, DENG Xiao-chuan¹, SUN Jian-zhi^{1,2}, MA Pei-hua¹, YAN Chun-yan^{1,2}, WEI Shu-bin^{1,2}
(1. *Qinghai Institute of Salt Lakes, Chinese Academy of Sciences, Xining 810008, China;*
2. *Graduate School of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039, China*)

Abstract: In this research, MgO nanometric powder was prepared from Mg(NO₃)₂ and stearic acid by Sol—Gel method. Its structure and quality had been studied by IR spectra, TG, DSC, XRD and TEM. The experiment results showed that the cubic nanometric MgO powder of good dispersion could be obtained. Its shape was ellipsoidal and average diameter was 33nm, under the optimum conditions.

Key words: Sol—Gel method; Nanometer power; Stearic acid; MgO;