



(12)发明专利



(10)授权公告号 CN 107459064 B

(45)授权公告日 2019.10.11

(21)申请号 201610394195.1

(22)申请日 2016.06.03

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 107459064 A

(43)申请公布日 2017.12.12

(73)专利权人 中国科学院大连化学物理研究所

地址 116023 辽宁省大连市中山路457号

(72)发明人 杨明辉 邹明明 冯璐 刘红红

(74)专利代理机构 沈阳科苑专利商标代理有限公司
21002

代理人 马驰

(51)Int.Cl.

C01G 49/00(2006.01)

B82Y 40/00(2011.01)

(56)对比文件

JP S6322536 A,1988.01.30,第291页第8-12段以及第292页实施例.

CN 102502859 A,2012.06.20,全文.

CN 103754954 A,2014.04.30,全文.

CN 103482705 A,2014.01.01,全文.

审查员 高琼

权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54)发明名称

一种纳米立方体堆积层状介孔FeMoO₄固体材料的制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种纳米立方体堆积层状介孔FeMoO₄固体材料的制备方法,具体为包括将一定量含铁化合物,含钼化合物和均相沉淀剂尿素溶于一定量的溶剂中,充分搅拌一定时间,形成稳定的溶液。将混合溶液转移具有聚四氟乙烯内衬的不锈钢高温高压反应釜中,进行水热反应,在120~180℃下加热12~24h,冷却至室温。所得产物用去离子水或无水乙醇清洗3遍以上,离心过滤,于50~60℃下真空干燥。得到的产物再于空气气氛中煅烧,制备得到纳米立方体堆积层状介孔FeMoO₄固体材料。

1. 一种纳米立方体堆积层状介孔 FeMoO_4 固体材料的制备方法,其特征在于:所述方法包括:将含铁化合物,含钼化合物和均相沉淀剂溶于溶剂中,充分搅拌后进行水热反应,反应结束后将产物洗涤、离心、干燥,再于空气气氛中煅烧,制备得到纳米立方体堆积层状介孔 FeMoO_4 固体材料,所述溶剂为水或水和乙醇的混合,水和乙醇的混合中水:乙醇的体积比为1-3:1。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:

所述含铁化合物选自氯化铁、硝酸铁、硫酸铁;所述含钼化合物选自氯化钼,钼酸钠,钼酸铵;所述均相沉淀剂选择尿素。

3. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:水:乙醇的体积比为1.5-2.5:1。

4. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:

含铁化合物和含钼化合物以Fe和Mo计,Fe和Mo的摩尔比为1:1。

5. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:

均相沉淀剂的用量与含铁化合物及含钼化合物的摩尔比为12~18:1:1。

6. 根据权利要求5所述的制备方法,其特征在于:

均相沉淀剂的用量与含铁化合物及含钼化合物的摩尔比为12-14:1:1。

7. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:所述水热反应为:将充分搅拌后得到的混合溶液转移至聚四氟乙烯为内衬的不锈钢高温高压反应釜中,在120~180 °C下加热12~24 h,反应结束后冷却至室温。

8. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:水热反应后所得产物用去离子水和无水乙醇分别清洗至少3遍,离心过滤,再于50~60 °C下真空干燥,得到 FeMoO_4 前驱体纳米固体材料。

9. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于:煅烧温度为400 ~ 600 °C,煅烧时间为30 min ~ 2h。

一种纳米立方体堆积层状介孔 FeMoO_4 固体材料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及材料合成技术领域,尤其涉及一种纳米立方体堆积层状介孔 FeMoO_4 固体材料的制备方法。

背景技术

[0002] 钼酸盐纳米材料在光、电、磁等方面具有良好的性质,在相关的材料领域存在着极其广泛的潜在应用价值。探索钼酸盐纳米材料的控制合成方法,研究钼酸盐纳米材料的性质,寻求钼酸盐纳米材料的性质与其微结构的关系,拓展钼酸盐纳米材料应用空间,成为当前材料领域研究的一个热点。

[0003] 作为钼酸盐体系中的重要部分,目前钼酸铁的制备方法较多,其主要为固相合成法和水热法。例如,Shu-Hong Yu课题组采用水热法制备了具有三维结构的钼酸铁($\text{Fe}_2(\text{MoO}_4)_3$)微纳米材料。周明军课题组用水热方法制备了氧化钼/氢氧化铁异质纳米结构,将其在空气中煅烧成功制备出了多孔钼酸铁纳米棒。而固相合成法合成的材料只要控制好配比和煅烧温度,可以保证最终产物纯度。

[0004] 专利号CN201110347429.4提供以一种以EDTA为添加剂、采用微波辐射法制备具有片层结构的钼酸铁纳米锥材料。该方法具有反应效率高、工艺可控性强以及适合批量连续合成等特点;所合成的钼酸铁纳米材料具有形貌规整、结晶度高、分散性好等优点;该配位剂辅助微波辐射技术来制备的钼酸铁纳米材料,合成的产物具有独特物理化学特性,而使得钼酸铁纳米材料在光学、电学、催化及传感等领域具有潜在应用价值。

发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种纳米立方体堆积层状介孔 FeMoO_4 固体材料的制备方法。所述纳米立方体堆积层状介孔 FeMoO_4 固体材料具有均一介孔层状结构。

[0006] 本发明采取的技术方案为:

[0007] 一种纳米立方体堆积层状介孔 FeMoO_4 固体材料的制备方法,所述方法包括:将含铁化合物,含钼化合物和均相沉淀剂溶于溶剂中,充分搅拌后进行水热反应,反应结束后将产物洗涤、离心、干燥,再于空气气氛中煅烧,制备得到纳米立方体堆积层状介孔 FeMoO_4 固体材料。

[0008] 所述含铁化合物选自氯化铁、硝酸铁、硫酸铁;所述含钼化合物选自氯化钼,钼酸钠,钼酸铵;所述均相沉淀剂选择尿素。

[0009] 所述溶剂为水或水和乙醇的混合,水和乙醇的混合中水:乙醇的体积比为1-3:1;水:乙醇的优选体积比为1.5-2.5:1。

[0010] 含铁化合物和含钼化合物以Fe和Mo计,Fe和Mo的摩尔比为1:1。

[0011] 均相沉淀剂的用量与含铁化合物及含钼化合物的摩尔比为12~18:1:1。

[0012] 均相沉淀剂的用量与含铁化合物及含钼化合物的优选摩尔比为 12-14:1:1。

[0013] 所述水热反应为:将充分搅拌后得到的混合溶液转移至聚四氟乙烯为内衬的不锈

钢高温高压反应釜中,在120~180℃下加热12~24h,反应结束后冷却至室温。

[0014] 水热反应后所得产物用去离子水和无水乙醇分别清洗至少3遍,离心过滤,再于50~60℃下真空干燥,得到FeMoO₄前驱体纳米固体材料。

[0015] 煅烧温度为400~600℃,煅烧时间为30min~2h。

[0016] 综上所述,得到具有纳米立方体堆积层状介孔FeMoO₄固体材料的合成关键点:反应原材料需溶于选用的溶剂,保证原材料计量比正确;水热和煅烧温度会影响产物形貌,但不是影响产物纯度的关键因素。

[0017] 本发明的反应原料选择氯化铁和氯化钼时,两种盐在水热反应之前不发生反应,因此可待到水热之后与尿素充分接触,得到产物的形貌最好。

[0018] 与其他方法相比,本发明的有益效果:

[0019] 本发明具有反应过程简单,反应时间短,无需任何复杂的操作及特殊的设备等优点。本发明合成的FeMoO₄材料由较均一的纳米立方体堆积而成,呈现层状结构,孔道较为均一、材料分散性好、比表面积较大,具有很好的应用前景。

附图说明

[0020] 图1是实施例1制备的纳米立方体堆积层状介孔FeMoO₄固体材料的XRD 图片。

[0021] 图2是实施例1制备的纳米立方体堆积层状介孔FeMoO₄固体材料的SEM 图片。

具体实施方式

[0022] 下面结合具体实施例和对比例进一步说明。

[0023] 实施例1

[0024] 室温下,将1mmol氯化铁,1mmol氯化钼和12mmol尿素溶于80ml 水中,置于磁力搅拌器上,充分搅拌使之全部溶解。搅拌30min后,将溶液转移至一个100ml的具有聚四氟乙烯内衬的不锈钢高温高压反应釜中,置于马弗炉中在160℃下水热反应18h,然后冷却至室温,所得产物用水和无水乙醇分别清洗三遍,除去可能残余的杂质,离心过滤,在60℃下真空干燥。将干燥后的产物在空气气氛中于500℃下煅烧2h。得到具有纳米立方体堆积层状介孔FeMoO₄固体材料,如图1、图2所示。

[0025] 实施例2

[0026] 室温下,将1mmol氯化铁,1mmol氯化钼和12mmol尿素溶于80ml 水中,置于磁力搅拌器上,充分搅拌使之全部溶解。搅拌30min后,将溶液转移至一个100ml的具有聚四氟乙烯内衬的不锈钢高温高压反应釜中,置于马弗炉中在120℃下水热反应12h,然后冷却至室温,所得产物用无水乙醇清洗三遍,除去可能残余的杂质,离心过滤,在60℃下真空干燥。将干燥后的产物在空气气氛中于400℃下煅烧2h。得到FeMoO₄纳米固体材料。

[0027] 实施例3

[0028] 室温下,将1mmol氯化铁,1mmol钼酸钠和15mmol尿素溶于54ml 水和26ml乙醇中,置于磁力搅拌器上,充分搅拌使之全部溶解。搅拌30min 后,将溶液转移至一个100ml的具有聚四氟乙烯内衬的不锈钢高温高压反应釜中,置于马弗炉中在180℃下水热反应24h,然后冷却至室温,所得产物用无水乙醇清洗三遍,除去可能残余的杂质,离心过滤,在60℃下真空干燥。将干燥后的产物在空气气氛中于600℃下煅烧30min。得到FeMoO₄纳米固体材料。

[0029] 实施例4

[0030] 室温下,将1mmol氯化铁,1mmol钼酸钠和15mmol尿素溶于40ml 水和40ml乙醇中,置于磁力搅拌器上,充分搅拌使之全部溶解。搅拌30min 后,将溶液转移至一个100ml的具有聚四氟乙烯内衬的不锈钢高温高压反应釜中,置于马弗炉中在160℃下水热反应12h,然后冷却至室温,所得产物用无水乙醇清洗三遍,除去可能残余的杂质,离心过滤,在60℃下真空干燥。将干燥后的产物在空气气氛中于500℃下煅烧1h。得到FeMoO₄纳米固体材料。

[0031] 实施例5

[0032] 室温下,将1mmol氯化铁,1mmol钼酸铵和18mmol尿素溶于60ml 水和20ml乙醇,置于磁力搅拌器上,充分搅拌使之全部溶解。搅拌30min 后,将溶液转移至一个100ml的具有聚四氟乙烯内衬的不锈钢高温高压反应釜中,置于马弗炉中在120℃下水热反应18h,然后冷却至室温,所得产物用无水乙醇清洗三遍,除去可能残余的杂质,离心过滤,在60℃下真空干燥。将干燥后的产物在空气气氛中于400℃下煅烧1h。得到FeMoO₄纳米固体材料。

[0033] 实施例6

[0034] 室温下,将1mmol氯化铁,1mmol钼酸铵和18mmol尿素溶于80ml 水中,置于磁力搅拌器上,充分搅拌使之全部溶解。搅拌30min后,将溶液转移至一个50ml的具有聚四氟乙烯内衬的不锈钢高温高压反应釜中,置于马弗炉中在180℃下水热反应12h,然后冷却至室温,所得产物用无水乙醇清洗三遍,除去可能残余的杂质,离心过滤,在60℃下真空干燥。将干燥后的产物在空气气氛中于600℃下煅烧2h。得到FeMoO₄纳米固体材料。

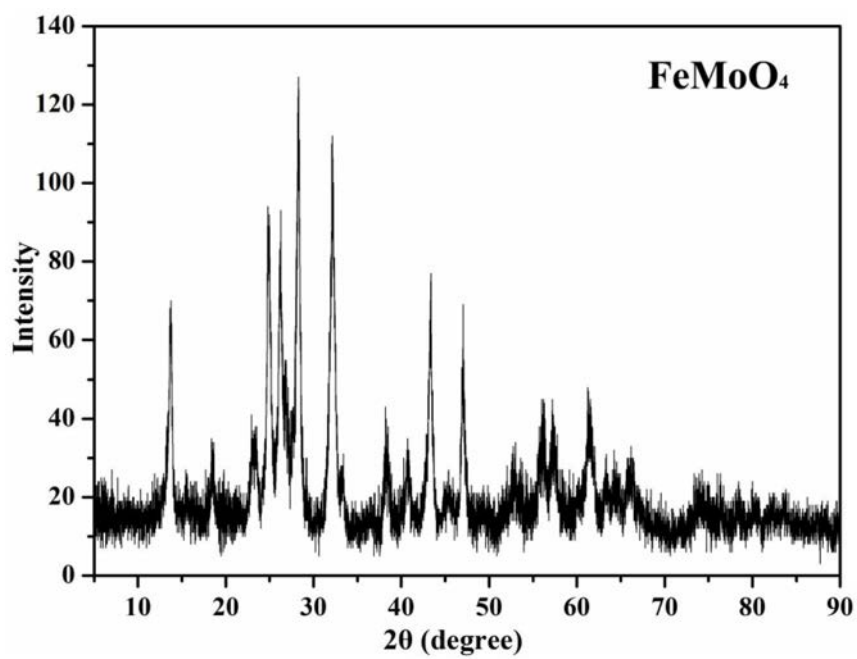
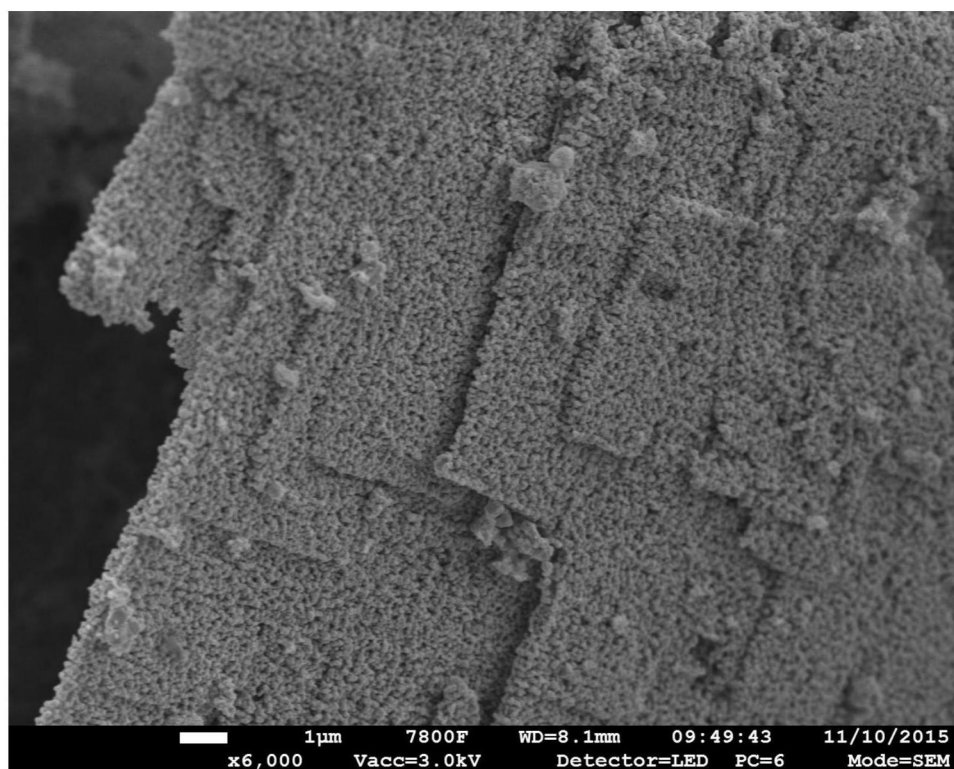


图1



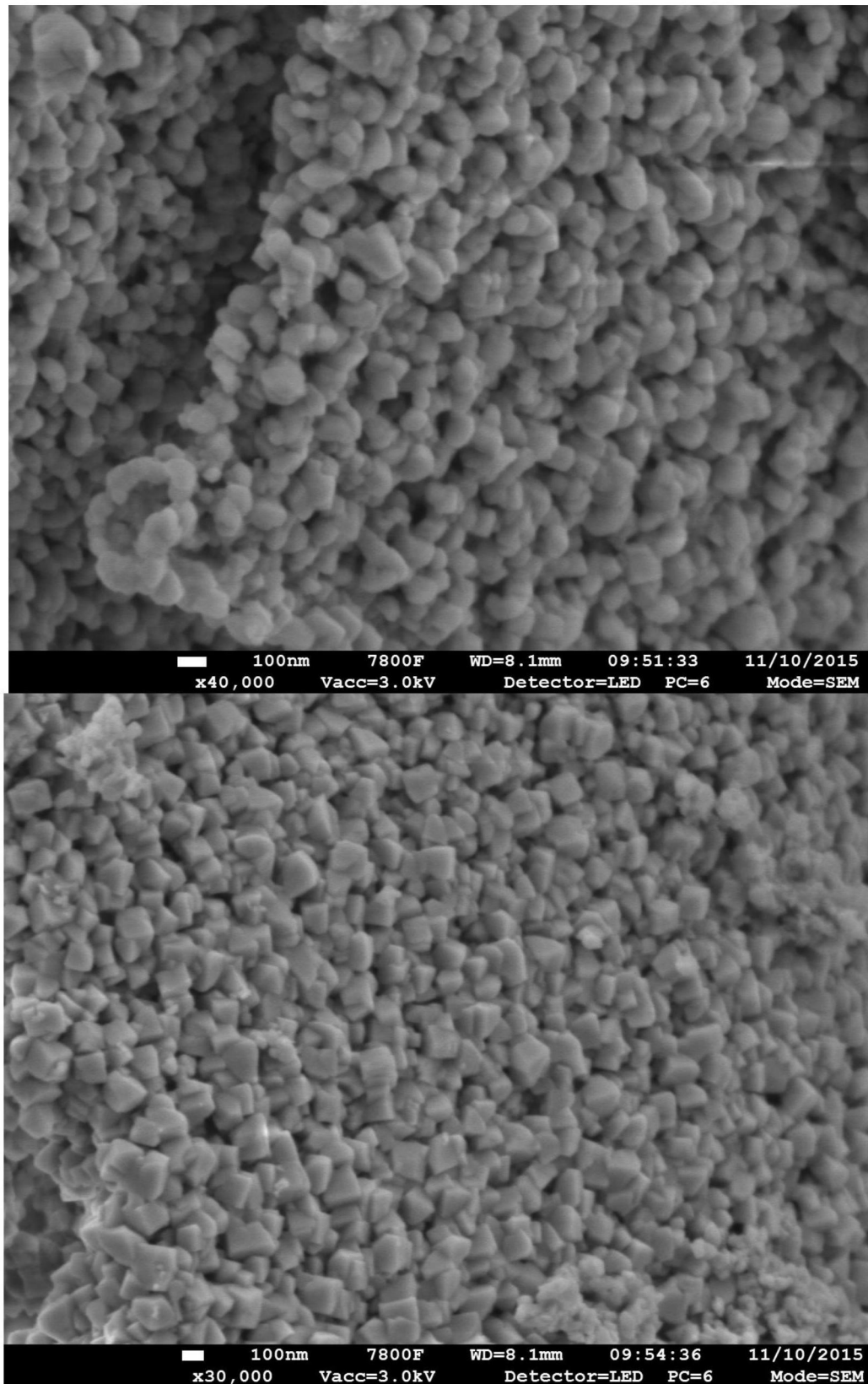


图2