

超临界 CO₂ 反溶剂法制备纳米 TiO₂ 微粒

一、摘要

本研究以 0.4M 的四异丙烷氧化钛为原料，添加 Zony1 FSJ 做为界面活性剂，以超临界流体反溶剂方法结合超临界 CO₂ 反微胞(reversed micelles)技术，改变反应温度、反应时间及反应压力，合成出不同粒径的非晶态二氧化钛粉末。制备得到的白色粉末使用透射电子显微镜观察其粒径，以 XRD 分析其结构，以 EDS 分析其成分。由 XRD 分析得知所制备的粉末为非晶体状态，由 EDS 分析得知该粉末为二氧化钛。由 TEM 观察发现所得粉末粒径小于 10nm，且其粒径随着反应温度的增加而减少；反应压力越高，所得粉末的粒径越小；粉末粒径随着反应时间的增加而减少

关键词：纳米 TiO₂、超临界 CO₂ 反微胞、超临界反溶剂

二、简介

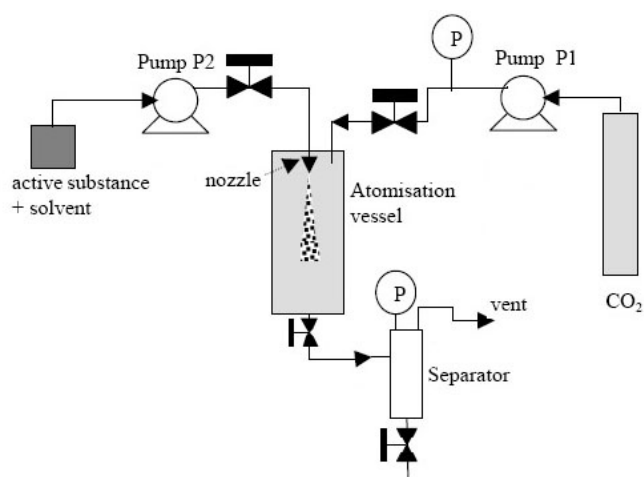
半导体光触媒的发展已有 30 年了，其中以二氧化钛最受瞩目。已有研究利用二氧化钛的能级高达 3.2eV 的特性，将 TiO₂ 制成电极，组成电化学光电池利用光电化学太阳能转换，将光能转换为化学能的原理，降解氰化物水溶液。从此开启光触媒降解环境污染物的研究。半导体材料 TiO₂ 是较佳的光触媒材料。当半导体粒子的粒径降到临界半径之下约 10nm，会表现出不同的特性，可以大大提升光触媒的催化能力。纳米级 TiO₂ 光触媒制备方法有很多种，超临界流体反溶剂制备微粒方法是其中之一。

超临界流体技术最近在超细微粒制备应用中已成为非常热门的领域。本文将以超临界流体反溶剂技术，结合超临界 CO₂ 反微胞(reversed micelles)方法，制备出纳米 TiO₂ 粉末。

三、实验

1、TiO₂ 的制备

首先取四异丙烷氧化钛（98%）溶解在异丙醇中并稀释成 0.4M 的溶液。取 50ml 的溶液放入高压容器内搅拌，将 1ml 界面活性剂 FSJ 逐滴加入，再将高压容器密封，升温至反应温度。再将加压泵导入液态 CO₂，加压至反应压力，控制反应时间 2-8 小时，开始进行反应。反应完成，得到乳白色液体，空气中干燥 3-5 天，得到白色凝胶。加入 10ml 无乙醇，倒进高压容器内搅拌，



加温到 60 摄氏度，密封高压容器，使用泵导入液态 CO₂，使反应槽内压力达到 4300psi，放置 4 小时后有顶部以 1L/min 流量洩压，所得产物为微细的白色粉末。

2、分析及检测方法

EDS 鉴定白色粉末为 TiO₂；XRD 分析其结构为非结晶态；TEM 检测其粒径。

四、结论

本文以超临界流体反溶剂方法结合超临界流体反微胞技术制备纳米 TiO₂。通过实验发现，反应温度越高，产物形成凝胶的时间越长，制备的 TiO₂ 粒径越小；反应压力越大，产物的粒径越小；产物的粒径随着反应时间增加而减小。下图是反应温度、反应压力和反应时间与粒径的关系实验数据。

