



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02132486.7

[43] 公开日 2003 年 1 月 1 日

[11] 公开号 CN 1388066A

[22] 申请日 2002. 6. 25 [21] 申请号 02132486. 7
 [71] 申请人 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所
 地址 130022 吉林省长春市人民大街 140 号
 [72] 发明人 王之建 张海明 元金山

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司
 代理人 梁爱荣

权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图 1 页

[54] 发明名称 固相低温热分解合成晶态和非晶态超微氧化锌粉末的制备

[57] 摘要

本发明属于精细无机化学材料制备领域, 涉及对溶胶-凝胶经高温热解 $Zn(OH)_2$ 制备 ZnO 方法的改进, 它是将固态的金属锌盐与碳酸氢钠按一定比例混合, 在一定的温度下热分解, 制备超微 ZnO 粉末。根据分解温度的不同, 分别合成非晶态、晶态 ZnO 。本发明的固相低温热分解合成晶态和非晶态超微氧化锌粉末的制备方法设备简单、操作简单、成本低、产率高, 产率 95% 以上。所得晶态 ZnO 粒径均匀, 且在 10-50nm 范围内能很好的控制, 非晶态 ZnO 具有较强的紫外发射。本发明广泛用于电子、日化、建材、涂料、橡胶制品, 特别作为电子材料, 广泛用于化学传感器, 高频压电共振腔、光电池、紫外发光器件等, 是重要的精细化工材料。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1、固相低温热分解合成晶态和非晶态超微氧化锌粉末的制备，其特征在于制作步骤如下：首先将固态的金属锌盐与碳酸氢盐或碳酸盐按一定比例形成混合料，将混合料在一定的温度和一定时间下进行热分解，分别制备成非晶态、晶态超微 ZnO 粉末。

固相低温热分解合成晶态和非晶态超微氧化锌粉末的制备

技术领域：本发明属于精细无机化学材料制备领域，涉及对溶胶-凝胶经高温热解 $\text{Zn}(\text{OH})_2$ 制备 ZnO 方法的改进。

背景技术：在目前常用于制备超微 ZnO 粉末的方法为溶胶-凝胶经高温热解 $\text{Zn}(\text{OH})_2$ 制备 ZnO 。如国内已开发的尿素水解法，此法以尿素、硝酸锌为原料合成纳米氧化锌。此方法为确保产品质量，要求工艺条件维持合适的反应动力学条件。

发明内容：为了解决上述技术中的优化工艺条件，保持反应器内处处维持较高的氢氧化锌过饱和比，并且升温、降温有较大的速率，从而使操作难度大，制备条件苛刻的问题。本发明的目的是探索建立一种设备简单、操作方便、低成本、易操作的固相低温热分解合成晶态和非晶态超微氧化锌粉末的制备方法，其制作步骤如首先将固态的金属锌盐与碳酸氢钠按一定比例形成混合料，将混合料在一定的温度和一定时间下进行热分解，分别制备成非晶态、晶态超微 ZnO 粉末。

本发明采用了固态热分解技术解决了背景技术氢氧化锌过饱和比高、升温、降温速率大、操作难、制备条件苛刻的问题。本发明提供了设备简单、低成本、易操作制备固相低温热分解合成晶态和非晶态超微氧化锌粉末的制备方法，所得晶态 ZnO 粒径均匀，且在 10- 50nm 范围内能很好的控制，非晶态 ZnO 具有较强的紫外发射。产率高，可达产率 95%以上。本发明超微 ZnO 粉末广泛用于电子、日化、建材、涂料、橡胶制品，特别作为电子材料，广泛用于化学传感器，高频压电共振腔、光电池、紫外发光器件等，是重要的精

细化工材料。

附图说明：

图 1 是本发明的 X-射线衍射图

图 2 是本发明的透射电镜图

图 3 是本发明的光致发光谱

具体实施方式如图所示：

图 1 中 (a) 是本发明在 250⁰C 热处理的 X-射线衍射图，(b) 是本发明在 160⁰C 热处理的 X-射线衍射图

图 2 中 (a), (b) 是本发明在 200⁰C、250⁰C 热处理的透射电镜图；(c) 是本发明在 160⁰C 热处理的透射电镜图

图 3 中 (a) 是本发明在 160⁰C 热处理时的光致发光谱，(b) 是本发明在 250⁰C 热处理时的光致发光谱

实施例 1：非晶态超微 ZnO 的制备：称取 2g Zn(CH₃COO) · 2H₂O 与 2gNHCO₃ 置于研钵中，充分混合。将混合物置于石英舟上，在 N₂ 流下于管式炉中 160⁰C 热处理 3 小时，冷却水洗，产物 90⁰C 干燥 3 小时，得白色 ZnO · H₂O 0.86g，产率 95.3%。炉中的温度可在 150-170⁰C 选择，热处理的时间可在 1-5 小时选择。此时制备出非晶态超微 ZnO。

实施例 2：晶态纳米 ZnO 的制备：称取 2g Zn(CH₃COO) · 2H₂O 与 2gNHCO₃ 置于研钵中，充分混合。将混合物置于石英舟上，在 N₂ 流下于管式炉中 250⁰C 热处理 3 小时，冷却水洗，产物 90⁰C 干燥 3 小时，得灰白色 25nm ZnO 0.69g，产率 94%。炉中的温度可在 180-300⁰C 选择，热处理的时间可在 1-5 小时选择。此时制备出晶态超微 ZnO。

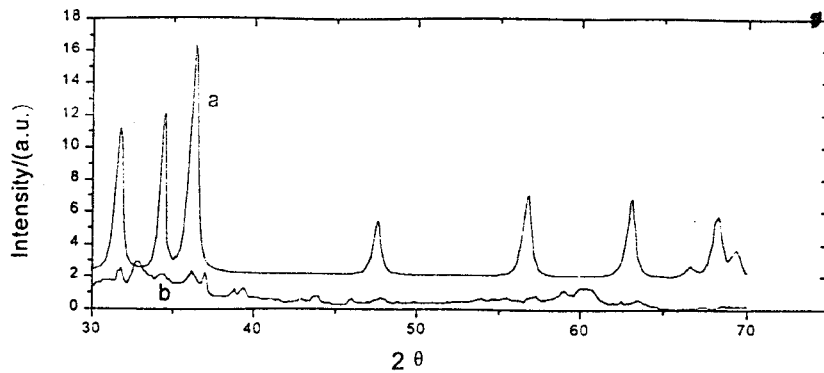


图 1



图 2.

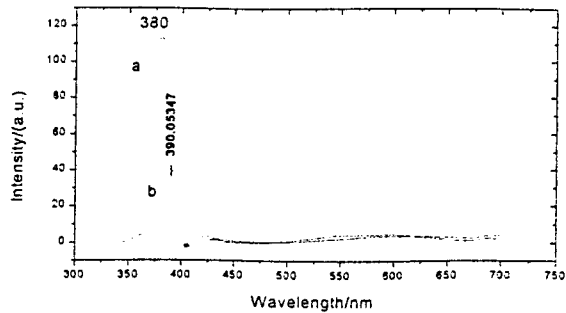


图 3