



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 03110985.3

[43] 公开日 2004 年 8 月 18 日

[11] 公开号 CN 1521496A

[22] 申请日 2003.1.30 [21] 申请号 03110985.3
 [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 孔祥贵 单桂晔 安利民 王新
 曾庆辉 费晓方 刘益春

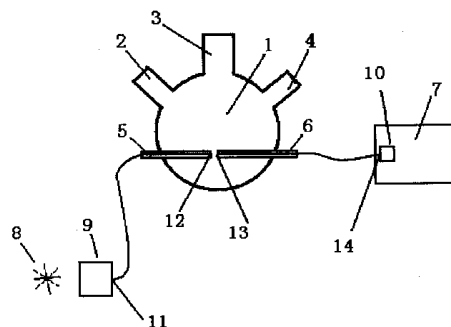
[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公
 司
 代理人 李恩庆

权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图 1 页

[54] 发明名称 在溶胶 - 凝胶法制备纳米材料中对
纳米粒径实时监测装置

[57] 摘要

本发明属于体系中质粒监测技术领域，是一种在溶胶 - 凝胶法材料制备中的纳米粒径实时监测装置。本发明的光源和导入光纤的一端面放置在光纤耦合器的前后焦点上，信号输出光纤用耦合器，同吸收光谱仪及信号处理系统相连，导入光纤和输出光纤的另一端置于溶胶 - 凝胶反应室内，两者的端面相对应，保证通过导入光纤的光信号能全部进入输出光纤中。信号输出光纤把从导入光纤接收到的光信号输送给吸收光谱仪的检测器 CCD，检测器 CCD 接收这个光信号后，由吸收光谱仪及信号处理系统进行数据处理，给出要测量的数据。本发明可实时监测颗粒粒径，并控制反应条件，结构简单，易于实现，省时省力，节省资源。



1、一种在溶胶-凝胶法制备纳米材料中对纳米粒径实时监测装置,其特征是由光源(8), 光纤耦合器(9), 导入光纤(5), 信号输出光纤(6), 吸收光谱仪及信号处理系统(7)和 光纤耦合器(10)构成;光源(8)和导入光纤(5)的一端面(11)放置在光纤耦合器(9) 的前焦点和后焦点上,信号输出光纤(6)的一端(14)通过光纤耦合器(10),同吸收光 谱仪及信号处理系统(7)的吸收光谱仪上检测器相连,导入光纤(5)和信号输出光纤(6) 的另一端置于溶胶-凝胶反应室(1)内,导入光纤(5)的端面(12)和信号输出光纤(6) 的端面(13)相对应,使通过导入光纤(5)的光信号能全部进入信号输出光纤(6)中; 光源(8)发出的光经光纤耦合器(9),聚焦在导入光纤(5)的端面(11)上,并进到导 入光纤(5)内,通过导入光纤(5)后,从其端面(12)穿过反应室(1)中的纳米颗粒, 从信号输出光纤(6)的端面(13)进入信号输出光纤(6)内,经信号输出光纤(6)后, 由光纤耦合器(10)传送给吸收光谱仪及信号处理系统(7)的吸收光谱仪上检测器 CCD, 检测器 CCD 接收光信号后,由吸收光谱仪及信号处理系统(7)的信号处理系统把光信号变 成数字,给出反应器(1)中的纳米颗粒的粒径大小。

2、根据权利要求1所述的在溶胶-凝胶法制备纳米材料中对纳米粒径实时监测装置, 其特征是光源(8)是一个波长范围为 200nm~1 μ m 的宽带光源,光纤耦合器(9)是一组 光学组合透镜,光纤耦合器(10)是一个把信号输出光纤6和吸收光谱仪及信号处理系统 7 中的吸收光谱仪上的检测器 CCD 连在一起偶合元件。

在溶胶-凝胶法制备纳米材料中对纳米粒径实时监测装置

技术领域：本发明属于体系中质粒监测技术领域，涉及纳米颗粒粒径的实时监测技术，具体地说是一种在溶胶-凝胶法材料制备中的纳米粒径实时监测装置。

背景技术：纳米技术是当今科学研究的一个热点领域，纳米材料的制备是纳米技术发展的重要基础。溶胶-凝胶法是纳米制备技术中的一种常用方法。如果能在这一方法中对纳米颗粒进行粒径的实时监测与控制，确定纳米粒子的尺寸与其性质的关系，对纳米制备技术的完善是一个重要贡献。

监测粒径的大小通常都采用定时取样，然后进行吸收光谱或其它方法和技术测量纳米粒径的大小，然后再确定控制粒径的制备条件。这种方法，即费时，又费力，浪费资源，更重要的是制备条件不能实时定量控制。

溶胶-凝胶制备纳米的装置很简单，其主体是一个溶胶-凝胶反应室，反应室上开有气体通入口、样品进出口和温度控制入口。根据制备纳米的种类不同，可进行特殊地设计，如有的过程需要加温，配备加温装置；又如有的需要通特种气体时，就要在烧瓶的上部多开一个通气口等等。监测粒径的方法和技术有多种，吸收光谱方法较为常用，仪器设备已随处可见。但目前还未有一个固定、统一的在溶胶-凝胶法制备纳米材料中对纳米粒径实时监测方法，国内外尚无这样一个在溶胶-凝胶制备系统中实时监测粒径的装置。

发明内容：本发明是将溶胶-凝胶反应装置与光导光纤有机结合，与小型吸收光谱测试系统连接，目的是提供一种在溶胶-凝胶法材料制备中对纳米粒子的粒径实时监测装置，可实现在溶胶-凝胶法材料制备中对纳米粒粒径的实时监测与控制。

本发明由光源8，光纤耦合器9，导入光纤5，信号输出光纤6，吸收光谱仪及信号处理系统7构成。光源8是一个波长范围为200nm~1 μ m的宽带光源，光纤耦合器9是一组光学组合透镜。信号输出光纤6中的光信号送至吸收光谱仪内，由光谱仪分光后送至光谱仪中的CCD接收器和数据处理系统进行信号处理并显示于显示器上。

为了使光源8发出的宽带光完全进入导入光纤5中，光源8放置在光纤耦合器9的前焦点上，导入光纤5的外端面11正好在光纤耦合器9的后焦点上。信号输出光纤6把从导入光纤5接收到的光信号经光纤耦合器10传送给吸收光谱仪及信号处理系统7的入射狭缝以便将光信号送至光谱仪内进行分光和信号数据处理，在显示器上显示出纳米粒子粒径的

数值及相应的关系曲线等。导入光纤 5 和信号输出光纤 6 的另一端置于溶胶—凝胶反应室 1 内，导入光纤 5 的端面 12 和信号输出光纤 6 的端面 13 相对应，保证通过导入光纤 5 的光激发纳米粒子后的光信号能最大限度地进入信号输出光纤 6 中。

本发明对纳米粒径的实时监测是由导入光纤 5 和信号输出光纤 6 来进行。当纳米粒子在反应器 1 中进行反应时，将光源 1 发出的光由导入光纤 5 的一个端面 11 导入作为光源信号，激发反应器 1 中处于导入光纤 5 端面 12 和信号输出光纤 6 端面 13 之间的纳米粒子。信号输出光纤 6 在反应器 1 中的端面 13 收集到光谱信号输出至接于外端 14 的吸收光谱仪及数据处理系统 7。吸收光谱仪及数据处理系统 7 的数据处理系统根据吸收光谱强度与粒径的关系，可将粒径的数值即时显示在显示屏中。吸收光谱强度与粒径的关系由下式表示：

$$\hbar\omega = E(\bar{R}) = E_g + \frac{\hbar^2 \pi^2}{2m^* \bar{R}^2} - \frac{1.8e^2}{4\pi\epsilon_0 \epsilon \bar{R}} + 0.248 R^*$$

其中，第二项为量子限域能，第三项为库仑作用能，第四项为相关修正值， R^* 为等效里德堡常数。

本发明利用导入光纤 5 和信号输出光纤 6 表征的光信号，通过吸收光谱仪及数据处理系统 7 把光信号处理成为数据，给出溶胶—凝胶反应室 1 中纳米颗粒的粒径大小，实现实时监测，并可根据实时监测的结果控制诸如温度、浓度及时间等溶胶—凝胶反应条件。本发明结构简单，易于实现，省时省力，节省资源。

附图说明：图 1 是本发明的结构示意图。图中 1 为溶胶—凝胶反应室，2 气体通入口，3 样品进出口，4 温度控制入口，5 导入光纤，6 信号输出光纤，7 吸收光谱仪及信号处理系统，8 光源，光纤耦合器 9，11、12 为光源导入光纤 5 的两端面，13 信号输出光纤 6 的端面，14 信号输出光纤 6 的外端。

具体实施方式：

本发明吸收光谱仪及信号处理系统 7 中，采用常用测量颗粒粒度的吸收光谱仪，有现成的产品。信号处理系统包括光电转换器、数据处理器、显示器等，也是通常所用装置。

本发明所用的吸收光谱仪本身带有光源，光源 8 可用吸收光谱仪上的光源，此时需要把光纤耦合器 9 用一个固定件安装在吸收光谱仪的样品架前端，导入光纤 5 的外端面 11 固定在样品架上。这样可以利用现有的吸收光谱仪，进行小的改动就可完成本发明所提出的任务。

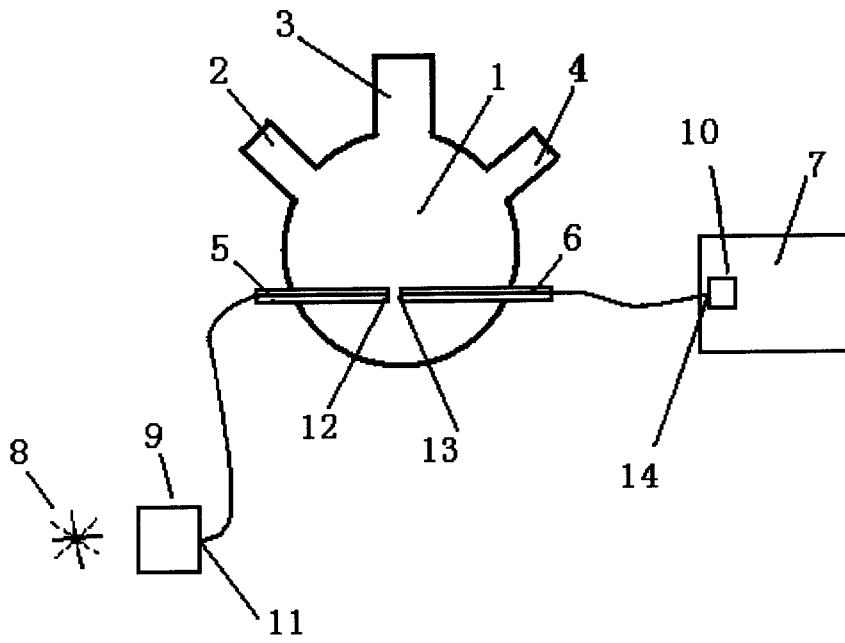


图 1、