

研究简报

含胼甲酸铈热分解制超细氧化铈

吴介达\* 杨宇翔 孙国忠 郑笑旻

(同济大学化学系, 上海 200092)

陆世鑫 王振华 张德源 王黎明

(上海跃龙有色金属有限公司, 上海 200949)

TQ133.23

以甲酸铈为前驱化合物并将胼添加到甲酸铈中, 热分解此含胼甲酸铈可制得超细氧化铈, 粒度 < 100 nm。

关键词: 氧化铈 胼 甲酸铈 超细粒子

氧化铈是一种用途广泛的原料, 随着科学技术发展, 人们对它的粒度、比表面积等性能有越来越高的要求。因此超细氧化铈的制备研究受到人们的关注。

超细氧化铈可用柠檬酸盐热分解法、化学法、配位-沉淀法、醇盐法等方法制备<sup>[1-4]</sup>。我们曾用含胼草酸铈热分解法<sup>[5]</sup>制得了比表面积为50 m<sup>2</sup>/g的氧化铈, 但粒度不够细, 在实验中我们发现, 铈的甲酸盐比草酸铈易热分解, 如以甲酸铈为前驱化合物, 再将胼添加进去, 热分解以含胼甲酸铈, 胼会发生燃烧甚至“爆炸”现象并释放大量的气体和热量。胼在燃烧或“爆炸”时所产生的热量可促使甲酸铈分解, 而同时产生的大量气体又可抑制氧化铈的晶粒生长, 从而制得超细氧化铈。与上述其它方法相比, 本法具有工艺简单、成本低、生产批量大, 制得的超细氧化铈灼失量小等优点, 经上海科技情报研究所手工、光盘及计算机国际联机检索, 未发现与本法发明点完全相同的文献发表。

## 1 实验部分

### 1.1 含胼甲酸铈制备

称取含有10 g 氧化铈的硝酸铈, 溶于30 ml 甲酸中, 加入10 ml 水合胼(浓度为80%), 搅拌, 过滤, 用无水乙醇洗涤沉淀数次后将沉淀取出, 烘箱中90-100℃烘干, 可得白色粉状含胼甲酸铈。

### 1.2 超细氧化铈的制备

取适量含胼甲酸铈于瓷坩锅中, 置于马弗炉内, 升温至550-600℃, 取出, 可得超细氧化铈。

收稿日期: 1997-10-16。 收修改稿日期: 1998-01-22。

上海市自然科学基金资助项目。

\* 通讯联系人。

第一作者: 吴介达, 男, 53岁, 副教授; 研究方向: 金属氧化物制备及性质研究。

## 2 结果与讨论

### 2.1 含胼甲酸钇热分析曲线

图1是含胼甲酸钇的TG和DTA曲线。从TG曲线,可看出含胼甲酸钇热分解主要分二个阶段,热分解温度分别为100-150℃和260-280℃;从DTA曲线,可看出含胼甲酸钇在220-360℃之间有三个强烈的放射峰,其释放热量之大,产生气体之多,足以使热分解物产生燃烧甚至“爆炸”,因而制得了既松又细的氧化钇。

### 2.2 产物的鉴定与性能

含胼甲酸钇的热分解产物经X射线衍射分析,可确定其为氧化钇。经测定:其灼失量(1000℃,2小时)为3.9%,比表面积为40.0 m<sup>2</sup>/g(B. E. T 氮气吸附法),粒度为60-80 nm(透射电镜分析)。

### 2.3 胼添加量的影响

含胼甲酸钇,实际上是甲酸钇与甲酸胼的混合物,它的组成与制备条件(主要是胼的添加量)有关。用EDTA容量法测定Y,元素分析仪测定C、H、N,得含胼甲酸钇(按1.2项制备)中各成份为Y: 39.65%, C: 15.90%, N: 0.93%, H: 1.19%。

实验表明:含胼甲酸钇制备时胼的添加量对氧化钇的粒度和比表面积有影响,当胼的添加量为0.5 mL/gY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、1.0 mL/gY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>和2.0 mL/gY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>时,制得的氧化钇粒度分别为80-100 nm、60-80 nm和20-40 nm,比表面积为22.4 m<sup>2</sup>/g、40.0 m<sup>2</sup>/g和51.6 m<sup>2</sup>/g。

图2是胼添加量按2.0 mL/gY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>条件所制得的氧化钇的透射电镜照片,从图中可以看出其粒度为20-40 nm。

### 2.4 结论

用含胼甲酸钇热分解法可制得超细氧化钇,它具有工艺简单、成本低、生产量大等优点。用本法已按要求制备出近1 kg样品供国外客户使用。

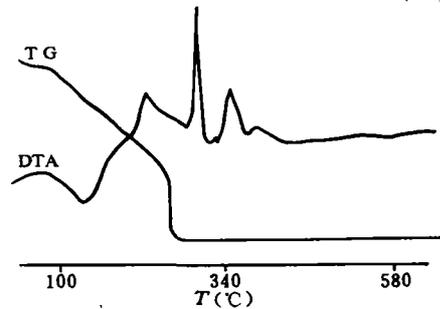


图1 含胼甲酸钇的TG-DTA曲线

Fig. 1 TG-DTA curve of yttrium founate-containing hydrazine



× 60000

图2 热分解产物的透射电镜照片

Fig. 2 TEM photo of the thermally decomposed product

## 参 考 文 献

- [1] 洪广言等,无机化学学报,1991,7(2),241.  
[2] 邓红梅等,复旦大学学报(自然科学版),1994,33(2),227.  
[3] 董相廷等,重庆师范学院学报(自然科学版),1993,10(3),63.  
[4] 洪广言等,无机材料学报,1987,2(2),93.  
[5] 吴介达等,应用化学学报,1997,14(4),102.

PREPARATION OF ULTRAFINE YTTRIUM OXIDE BY THERMAL  
DECOMPOSITION FROM YTTRIUM FORMATE CONTAINING HYDRAZINE

Wu Jieda Yang Yuxiang Sun Guozhong Zheng Fuming

(Department of Chemistry, Tongji University, Shanghai 200092)

Lu Shixin Wang Zhenhua Zhang Deyuan Wang Yiming

(Yue Long Non-Ferrous Metals Company Limited, Shanghai 200949)

A method for preparation of ultrafine yttrium oxide was described; yttrium formate-containing Hydrazine as the precursor was synthesized with yttrium formate and hydrazine, The ultrafine yttrium oxide was prepared by thermal decomposition from the yttrium formate-containing hydrazine at 550-600°C.

**Keywords:** yttrium oxide hydrazine yttrium formate