

TEOS-MTES基SiO₂溶胶微结构的SAXS研究

徐耀;李志宏;王俊;范文浩;吴东;董宝中;孙宇罕

中国科学院山西煤炭化学研究所,煤转化国家重点实验室,太原 030001;中国科学院高能物理研究所,同步辐射实验室,北京 100039

摘要:

正硅酸乙酯(TEOS)为前驱体,在碱性条件下制备含有无定形SiO₂颗粒的溶胶,以甲基三乙氧基硅烷(MTES)在酸性条件下获得聚甲基硅氧链.二者混合后应用同步辐射X射线进行混合溶胶的SAXS散射强度测定.计算了溶胶的平均回转半径、平均粒径、两相界面层厚度、散射体体积分数、两相间比表面.关光谱法(PCS)和透射电子显微镜(TEM)观测溶胶颗粒度,证实SiO₂颗粒被MTES混合物连接成簇团.实验发现所测混合溶胶样品均表现出对Porod定理的负偏离,说明溶胶中颗粒与溶剂之间存在着很明显的两相界面层.

关键词: 溶胶 SiO₂ 正硅酸乙酯(TEOS) 甲基三乙氧基硅烷(MTES) 小角X射线散射(SAXS)

收稿日期 2001-12-12 修回日期 2002-02-20 网络版发布日期 2002-09-15

通讯作者: 吴东 Email: wudong@public.ty.sx.cn

本刊中的类似文章

1. 葛秀涛;方大雷;刘杏芹.Ga₂O₃-NiO复合氧化物的溶胶-凝胶法制备和气敏性能[J]. 物理化学学报, 2005,21(01): 10-15
2. 王文涛;钟邦克.以多孔钛片为载体的氧化铝膜的制备和表征[J]. 物理化学学报, 1996,12(01): 85-90
3. 马建华;吴广明;程银兵;孙祺;王俊玲;沈军;王珏.疏水型SiO₂光学增透膜的制备 [J]. 物理化学学报, 2001,17(12): 1112-1116
4. 黄明强;郝立庆;周留柱;顾学军;王振亚;方黎;张为俊.乙苯光氧化产生二次有机气溶胶的化学成分及反应机理分析[J]. 物理化学学报, 2006,22(05): 596-601
5. 王周成;黄龙门;唐毅;倪永金;林昌健.电化学方法在钛表面制备Co₂YSZ/HAP纳米复合涂层[J]. 物理化学学报, 2006,22(05): 590-595
6. 张玉红;熊国兴;杨维祺;傅贤智.溶胶-凝胶法制备复合Mn₂O₃-TiO₂光催化剂[J]. 物理化学学报, 2001,17(03): 273-277
7. 周幸福;韩爱杰;褚道葆;林昌健;田中群.非水体系中电解镍中间产物制备纳米NiO[J]. 物理化学学报, 2002,18(07): 613-616
8. 余家国;赵修建;陈文梅;林立;张艾丽.TiO₂/SiO₂纳米薄膜的光催化活性和亲水性 [J]. 物理化学学报, 2001,17(03): 261-264
9. 水森;岳林海;徐铸德.几种制备方法的掺铈二氧化钛光催化特性[J]. 物理化学学报, 2001,17(03): 282-285
10. 邹玲;乌学东;陈海刚;王大理.表面修饰二氧化钛纳米粒子的结构表征及形成机理[J]. 物理化学学报, 2001,17(04): 305-309
11. 黄建滨;戴庆红;桂琳琳.改进溶胶凝胶过程制备CdS/SiO₂量子点玻璃[J]. 物理化学学报, 1998,14(01): 13-20
12. 董鹏.由硅溶胶生长单分散颗粒的研究[J]. 物理化学学报, 1998,14(02): 109-114
13. 张士成;李春和;李星国.纳米氧化锌的粒度控制与表征[J]. 物理化学学报, 2004,20(08S): 902-905
14. 谢志明;高融;李卓英.丙烯酸酯共聚物无皂水溶胶稳定性的研究[J]. 物理化学学报, 1994,10(05): 438-443
15. 朱路平;黄文姬;马丽娟;傅绍云;余颖;贾志杰.ZnO-CNTs纳米复合材料的制备及性能表征[J]. 物理化学学报, 2006,22(10): 1175-1180
16. 乔彬;唐子龙;张中太;陈雷. ZnGa₂O₄:Cr³⁺红色荧光粉的光致及电致发光性能[J]. 物理化学学报, 2006,22(10): 1291-1295
17. 刘瑞泉;谢亚红;李志杰;王吉德;孙铁刚.质子导体(Ce_{0.8}La_{0.2})_{1-x}Ca_xO_{2-δ}在合成氨中的应用[J]. 物理化学学报, 2005,21(09): 967-970
18. 叶青;王瑞璞;徐柏庆.柠檬酸溶胶-凝胶法制备的Ce_{1-x}Zr_xO₂结构及其氧移动性[J]. 物理化学学报, 2006,22(01): 33-37
19. 蒋葵阳;张隽;桂琳琳.PMMA-ZrO₂等有机无机杂化材料的制备与表征[J]. 物理化学学报, 1997,13(05): 407-412
20. 李立春;官建国;程海斌;陶剑青.聚乙烯包裹羰基铁核壳粒子的制备及水基磁流变液的性能[J]. 物理化学学报, 2005,21(07): 817-821
21. 王娟;张长瑞;冯坚.三甲氧基硅烷对纳米多孔二氧化硅薄膜的修饰[J]. 物理化学学报, 2004,20(12): 1399-1403
22. 彭峰;陈水辉;张雷;王红娟;谢志勇.纳米ZnO薄膜的制备及其可见光催化降解甲基橙[J]. 物理化学学报, 2005,21(08): 944-948
23. 叶青;徐柏庆.柠檬酸溶胶-凝胶法制备的纳米Ce_{1-x}Mn_xO₂结构与晶相结构[J]. 物理化学学报, 2006,22(03): 345-349
24. 井立强;付宏刚;王德军;魏霄;孙家钟.掺Sn的纳米TiO₂表面光致电荷分离及光催化活性[J]. 物理化学学报, 2005,21(04): 378-382
25. 李昱;张孝彬;陶新水;王幼文;刘美;许国良.Ni-Mo双金属氧化物催化CVD法大量制备成束多壁碳纳米管[J]. 物理化学学报, 2004,20(10): 1233-1238
26. 刘迎春;朱作君;陈吉祥;张继炎;李新学;魏雄辉.溶胶-凝胶法制备Ni-SiO₂催化剂的表征与性能[J]. 物理化学学报, 2004,20(07): 780-784
27. 杨通在;陈银亮;熊臣;羊莉秋;马俊;叶仕有;刘亦农;余忠念;宋涛.气溶胶粒子通过填充柱的保留时间分布测定[J]. 物理化学学报, 2003,19(07): 605-609
28. 王辉;张秀娟;张晓宏;吴世康.纳米硅胶颗粒的制备及其对金属离子的识别[J]. 物理化学学报, 2004,20(03): 313-317
29. 李金环;康万利;白文华;郭伊苒;高洪峰.刘忠和Eu³⁺掺杂TiO₂纳米晶的制备及光催化降解部分水解聚丙烯酰胺[J]. 物理化学学报, 2008,24(06): 1030-1034
30. 阮至平;董伟;吴凤清;王永为;于涛;彭增辉;宣丽.纳米晶硫酸钡的介电性能[J]. 物理化学学报, 2003,19(01): 17-20
31. 甘礼华;陈龙武;张宇星.非超临界干燥法制备SiO₂气凝胶[J]. 物理化学学报, 2003,19(06): 504-508
32. 赫崇衡;汪仁.溶胶-凝胶法制备钨催化剂的织构与性能[J]. 物理化学学报, 2003,19(10): 952-956
33. 吴玉程;杨晔;李勇;崔平.氧化铝胶体的添加对氧化铝γ→α相变的影响[J]. 物理化学学报, 2005,21(01): 79-83
34. 徐华;徐敏;李志宏.PVP改性氧化硅溶胶的微结构和流变性[J]. 物理化学学报, 2005,21(03): 300-305
35. 周幸福;赵俊峰;何惠;褚道葆.乙二醇甲醚中电解锡电解液直接水解制备纳米SnO₂ [J]. 物理化学学报, 2004,20(12): 1470-1475
36. 杨晓光;董鹏;周亚松;刘涛;张静;谢亚宁;胡天斗.钛硅复合氧化物局域结构的研究[J]. 物理化学学报, 2005,21(01): 33-37
37. 任达森;崔晓娟;张群;沃松涛;杨锡良;章社健;陆明.溶胶法制备的二氧化硅与二氧化钛复合薄膜的性能[J]. 物理化学学报, 2003,19(09): 829-833
38. 冯春波;杜志平;赵永红;台秀梅;李秋小. Au改性纳米TiO₂材料对NPE-10光催化降解的活性[J]. 物理化学学报, 2006,22(08): 953-957
39. 匡文兴;范以宁;陈开东;王净雷;陈懿.Fe₂(MoO₄)₃超细微粒催化剂的制备[J]. 物理化学学报, 1997,13(01): 86-88
40. 王健;朱涛;刘忠彪.利用纳米离子组装的方法制备SERS活性基底[J]. 物理化学学报, 1996,12(11): 961-964
41. 袁迅速;曾广赋;席时权.SnO₂水溶胶气-液界面纳米胶粒成膜过程[J]. 物理化学学报, 1996,12(10): 916-920
42. 匡文兴;范以宁;陈开东;陈懿.La-Mo系列复合氧化物超细微粒催化剂的制备[J]. 物理化学学报, 1996,12(09): 861-863
43. 张隽;罗胜成;桂琳琳;唐有祺.PMMA-TiO₂有机无机杂化玻璃的制备与表征[J]. 物理化学学报, 1996,12(04): 289-292
44. 陈其凤.姜东.徐耀.吴东.孙宇罕.溶胶-凝胶-水热法制备Ce-Si/TiO₂及其可见光催化性能[J]. 物理化学学报, 2009,25(04): 617-623
45. 李莉;马禹.曹艳珍.计远;郭伊苒.有序介孔材料H₂P₂W₁₈O₆₂/TiO₂(Brij-76)的制备与微波增强光催化降解—氯苯[J]. 物理化学学报, 2009,25(07): 1461-1466
46. 王涛.何建平.张传香.周建华.郭云霞.陈秀.狄志勇.孙盾.王道军.有序介孔/NiO复合材料的合成及其电化学性能[J]. 物理化学学报, 2008,24(12): 2314-2320
47. BULGAN G.;宗瑞隆;梁淑惠;姚文涛;朱永法.Pt负载复合氧化物催化剂的CO催化发光性能[J]. 物理化学学报, 2008,24(09): 1547-1552
48. 华正和;李东;付浩.磁电CoFe₂O₄/BaTiO₃纳米管的溶胶-凝胶模板法合成和表征[J]. 物理化学学报, 2009,25(01): 145-149
49. 黄东升;曾人杰;陈朝凤;李玉花.铁、氮共掺杂二氧化钛薄膜的亲水性能[J]. 物理化学学报, 2007,23(07): 1037-1041
50. 赵萌;王金兴;冯彩慧;邹伟;陈晔;王竹仪;吴凤清;邹乐辉.TiO₂/Ag₂O纳米材料的制备及其对甲醛的气敏性能[J]. 物理化学学报, 2007,23(07): 1003-1006
51. 王峰;郝雅娟;靳国强;郭向云.氯化钛纳米线制备过程中反应条件的影响[J]. 物理化学学报, 2007,23(10): 1503-1507
52. 张伟;王书亮;马云庆;王翠萍;刘兴军.铝基板的界面扩散对薄膜型TiO₂光催化活性的影响[J]. 物理化学学报, 2007,23(09): 1347-1352
53. 吴玉程;刘晓璐;叶敏;解挺;黄新民.碳纳米管负载纳米TiO₂复合材料的制备及其性能[J]. 物理化学学报, 2008,24(01): 97-102
54. 詹瑛瑛;蔡国辉;郑勇;沈小女;郑瑛.镍可镍.高比表面SiC的合成及其在CO氧化反应中的应用[J]. 物理化学学报, 2008,24(01): 171-175
55. 张亚进;蒋政;张世超;朱庆山.La_{0.8}Sr_{0.2}FeMn_{0.5}Al_{0.5}O_{19-δ}六铝酸盐气溶胶催化剂的催化性能[J]. 物理化学学报, 2008,24(02): 211-216
56. 李鸿建;陈刚;李中华;周超.烧绿石结构La₂Ti_{2-x}Co_xO₇的制备及可见光分解水性能[J]. 物理化学学报, 2007,23(05): 761-764
57. 武伦鹏;刘莲花;张海明;赵青南.光电流法研究TiO₂薄膜表面吸附氧对光催化活性的影响[J]. 物理化学学报, 2007,23(05): 765-768
58. 张晓菲;胡瑞生;高俊俊;孟和;苏海全.两种络合剂对Ce-Sn-O复合氧化物结构与性能的影响[J]. 物理化学学报, 2007,23(05): 659-663
59. 张良苗;冯永利;陆文聪;陈念昭.溶胶-凝胶法制备纳米氢氧化铝溶胶[J]. 物理化学学报, 2007,23(05): 728-732
60. 王焕平;张启龙;杨辉;孙慧萍.溶胶-凝胶法制备(Ca_{1-x}Mg_x)SiO₃陶瓷及其微波介电性能[J]. 物理化学学报, 2007,23(04): 609-613
61. 赵转清;姚袁薇;张卫国;龚正烈.TiO₂修饰的镍基光电极的制备及光电化学性能[J]. 物理化学学报, 2002,18(05): 473-476
62. 张晖;吴东;孙宇罕;彭少逸.疏水增透SiO₂膜的制备及其性能研究 [J]. 物理化学学报, 2002,18(04): 355-358
63. 杨立群;谢志明;李卓英.丙烯酸酯共聚物无皂水溶胶与金属离子的络合交联[J]. 物理化学学报, 1999,15(01): 28-34
64. 余家国;赵修建;赵青南.TiO₂纳米薄膜的溶胶-凝胶工艺制备和表征[J]. 物理化学学报, 2000,16(09): 792-797
65. 颜秀磊;李晓红;霍明亮;郭伟巍;巩永进.纳米SnO₂@TiO₂的制备及其光催化性能[J]. 物理化学学报, 2001,17(01): 23-27
66. 吴红英;王喜贵;谢大毅;翁诗雨;吴瑞光.掺Tb-硅基发光材料制备过程中结构及发光性能[J]. 物理化学学报, 2001,17(01): 53-58

67. 王晓冬;董鹏;陈胜利. 颗粒模板法制备大孔 Al_2O_3 材料[J]. 物理化学学报, 2006,22(07): 831-835
68. 张玉红;熊国兴;盛世善;刘盛林;杨维慎. $NiO/\gamma-Al_2O_3$ 催化剂中 NiO 与 $\gamma-Al_2O_3$ 间的相互作用[J]. 物理化学学报, 1999,15(08): 735-741
69. 朱永法;张利;高翀;姚文清;曹立礼. $TiCl_4$ 溶胶凝胶法制备 TiO_2 纳米粉体[J]. 物理化学学报, 1999,15(09): 784-788
70. 刘亦安;薛成山;庄惠熙;张晓凯;田德恒;吴玉新;孙莉莉;艾玉杰;王福学. 氯化镱粉末的溶胶凝胶法制备及其结构[J]. 物理化学学报, 2006,22(06): 657-660
71. 张爱平;方炎. 阴离子对银胶凝聚作用的影响[J]. 物理化学学报, 2006,22(06): 756-760
72. 甘礼华;李光明;岳天仪;张明;吴建文;陈龙武. 超临界干燥法制备 $Fe_2O_3-SiO_2$ 气凝胶[J]. 物理化学学报, 1999,15(07): 588-592
73. 朱梓华;朱涛;刘忠范. 大粒径单分散金纳米粒子的水相合成[J]. 物理化学学报, 1999,15(11): 966-970
74. 卞国柱;韩波;伏义路. $Ni-Mo$ 氧化物超细粒子催化剂的制备与表征[J]. 物理化学学报, 1999,15(11): 1001-1004
75. 李青莲;陈寿田;姚林;魏国;曲永和. 纳米钛酸钡生成的热分解机理[J]. 物理化学学报, 2000,16(02): 170-174
76. 赵永祥;秦晓琴;侯希才;徐贤伦;刘滇生. 镍基催化剂的制备、表征及选择加氢性能[J]. 物理化学学报, 2003,19(05): 450-454
77. 郝志显;刘辉;郭彬;李红;张佳伟;甘礼华;徐子渊;陈龙武. 以无机铝盐为前驱体用溶胶凝胶法合成中孔氧化铝[J]. 物理化学学报, 2007,23(03): 289-294
78. 郑洪河;张庆芝;王健吉;王征宇;今野干男;斋藤正三郎. 溶剂效应与海藻酸钠溶液溶胶-凝胶相转移[J]. 物理化学学报, 1996,12(07): 604-608
79. 黄建滨;戴庆红;郭国霖;桂琳琳. 溶胶凝胶法制备 CdS/SiO_2 量子点玻璃的研究[J]. 物理化学学报, 1996,12(07): 621-628
80. 彭定坤;宛传浩;杨萍华;刘瑾;孟广耀. 羧钪醇盐水解Sol-Gel的物化过程及其机理[J]. 物理化学学报, 1996,12(06): 547-550
81. 包定华;王世敏;顾豪爽;赵剑洪;黄柱玉;邴安祥. 溶胶-凝胶法制备高取向 $K(Ta,Nb)O_3$ 薄膜[J]. 物理化学学报, 1993,9(04): 450-451
82. 刘亦凡;于慧荣;祝昌翠;陈宗洪;张玉琴. 均分散氧化亚铜溶胶的制备[J]. 物理化学学报, 1993,9(01): 107-110
83. 周宏伟;李怀祥;姜正伟;左相青. 利用 SnO_2 :Sb干凝胶部分升华产物处理 $ZnS:Mn$ 荧光粉[J]. 物理化学学报, 2007,23(01): 88-91