

说明书

一种五氧化二钒纳米带及其制备方法

5 技术领域

本发明属于复合材料制备技术领域，具体地说，涉及一种五氧化二钒纳米带及其制备方法。

背景技术

10 五氧化二钒是一种重要的功能材料，可用作冶金、合金添加剂、有机化工的催化剂、储能材料等。其中，在催化和储能等领域的应用中，纳米化的五氧化二钒具有更优异的性能。通常，制备五氧化二钒纳米材料特别是纳米带、纳米线的制备方法都需要高温高压或微波辅助条件，制备工艺复杂，导致很难实现工业化生产。

15 专利一种五氧化二钒纳米带的制备方法（申请号：201910866878.6，申请日：20190912）将五氧化二钒在水浸泡处理后过滤，再分散于特定分散介质中形成悬浊液，最后通过微波辅助剥离制得五氧化二钒纳米带。其中，但该方法制备过程复杂，需要制备微波损耗角正切值小于 0.1 的特定液态介质；微波处理的功率要求较高，为 150-400 瓦；此外，在生产过程中还需要考虑防止微波辐射的问题。

20 因此，有必要开发出一种工艺简单、成本低廉的五氧化二钒纳米带的制备方法。

发明内容

25 有鉴于此，本发明针对上述的问题，提供了一种五氧化二钒纳米带及其制备方法。

为了解决上述技术问题，本发明公开了一种五氧化二钒纳米带的制备方法，包括以下步骤：

步骤 1、将五氧化二钒加入去离子水中，室温下磁力搅拌，然后，加入模板剂和表面活性剂并继续搅拌，得到悬浊液；

步骤 2、将步骤 1 制备得到的悬浊液倒入烧杯中，置于超声清洗机中，在室温下超声处理；

5 步骤 3、将步骤 2 超声处理过的材料静置，将上层溶液离心并经过常压干燥，即得五氧化二钒纳米带。

可选地，所述步骤 1 中的五氧化二钒与去离子水的配比为 10 mmol：50ml~1g：500ml；五氧化二钒与模板剂和表面活性剂的摩尔比为 10 mmol：0.5~40 mmol：2 mmol。

10 可选地，所述步骤 1 中的将五氧化二钒加入去离子水中，室温下磁力搅拌时间为 2~4h；加入模板剂和表面活性剂并继续搅拌时间为 2~8h。

可选地，所述步骤 1 中的模板剂为甲胺、乙胺、丙胺、丁胺、二甲胺、乙二胺中的一种。

15 可选地，所述步骤 1 中的表面活性剂为十二烷基苯磺酸钠、十六烷基三甲基溴化铵、十八烷基硫酸钠中的一种。

可选地，所述步骤 2 中超声处理的时间为 0.2~12 小时。

可选地，所述步骤 2 中超声处理的功率为 100~500W。

可选地，所述步骤 3 中静置时间为 0.5h，干燥处理的温度为 80~150℃。

本发明还公开了一种由上述制备方法制备得到的五氧化二钒纳米带。

20 与现有技术相比，本发明可以获得包括以下技术效果：

1) 本发明只需要用超声辅助即可获得五氧化二钒纳米带，不需要通过水热反应等复杂工艺条件，本发明工艺更简单。

2) 本发明反应温度为室温，制备过程中不需要额外加热，成本更低。

25 3) 本发明制备的五氧化二钒纳米带具有比原料更大的原子层间距，适合离子嵌入脱出，可以直接作为二次离子电池阴极材料。

当然，实施本发明的任一产品并不一定需要同时达到以上所述的所有技术效果。

附图说明

此处所说明的附图用来提供对本发明的进一步理解，构成本发明的一部分，本发明的示意性实施例及其说明用于解释本发明，并不构成对本发明的不当限定。在附图中：

图 1 是商业化五氧化二钒(a)和实施例 1 制备的五氧化二钒纳米带(b)的 SEM 图；

图 2 是商业化五氧化二钒(a)和实施例 1 制备的五氧化二钒纳米带(b)的 XRD 图谱。

具体实施方式

以下将配合实施例来详细说明本发明的实施方式，藉此对本发明如何应用技术手段来解决技术问题并达成技术功效的实现过程能充分理解并据以实施。

本发明公开了一种五氧化二钒纳米带的制备方法，包括以下步骤：

步骤 1、将五氧化二钒加入去离子水中，室温下磁力搅拌 2~4h，然后，加入模板剂和表面活性剂并继续搅拌 2~8h，得到悬浊液；

其中，五氧化二钒与去离子水的配比为 10 mmol：50ml~1g：500ml；五氧化二钒与模板剂和表面活性剂的摩尔比为 10 mmol：0.5~40 mmol：2 mmol。

五氧化二钒与模板剂的摩尔比大于 10:0.5 会导致五氧化二钒纳米带的产率降低，小于 10:40 则会导致五氧化二钒溶解，无法形成五氧化二钒纳米带。

模板剂为甲胺、乙胺、丙胺、丁胺、二甲胺、乙二胺中的至少一种。模板剂的作用是嵌入五氧化二钒的原子层中，并在超声波的作用下剥离出五氧化二钒纳米带。

表面活性剂为十二烷基苯磺酸钠、十六烷基三甲基溴化铵、十八烷基硫酸钠中的至少一种，表面活性剂的作用是防止被剥离的五氧化二钒纳米带团聚。

步骤 2、将步骤 1 制备得到的悬浊液倒入烧杯中，置于功率为 100~500W 的超声清洗机中，在室温下超声处理 0.2~12h；

其中，超声处理功率小于 100W 无法制备出五氧化二钒纳米带。超声处理功率高于 500W 时，五氧化二钒纳米带的产率变低。超声处理时间少于 0.1h 时几乎没有产生五氧化二钒纳米带，超声处理时间大于 12h 时五氧化二钒纳米带的产率变化不大。

步骤 3、将步骤 2 超声处理过的材料静置 0.5h，将上层溶液离心并经过 80~150℃常压干燥，即得五氧化二钒纳米带。

实施例 1

将 10 mmol 五氧化二钒加入 50ml 去离子水，在室温下磁力搅拌 3 小时后加入 4 mmol 模板剂和 2 mmol 表面活性剂并继续搅拌 6 小时得到悬浊液；将上述悬浊液转移至烧杯中，并置于功率为 300W 的超声清洗机中，在室温下超声处理 4 小时；静置 0.5h，将上层溶液离心并经过 120℃常压干燥，即可得五氧化二钒纳米带。经计算，五氧化二钒纳米带的产率为 83%。五氧化二钒原料的颗粒尺寸大于 1 微米(附图 1(a))，而本实施例制备的氧化钒纳米带的宽度仅为约 20nm(附图 1(b))。此外，本实施例制备的氧化钒纳米带的 XRD 图谱在 9.9° 出现了明显的衍射峰(附图 2(b))，而其它衍射峰与五氧化二钒的 XRD 衍射图谱基本一致。位于 9.9° 的衍射峰对应的原子层间距为 8.8 埃，约为五氧化二钒原子层间距(4.4 埃)的两倍。因此，本发明通过超声处理成功将乙二胺嵌入五氧化二钒中，有效增大了其层间距。同时，改变了五氧化二钒的微观形貌，获得了五氧化二钒纳米带。

其中，五氧化二钒原料的质量记为 m_0 ，超声处理后静置 0.5h，将上层溶液离心并经过 120℃常压干燥后称重记为 m_1 ，

$$\text{产率} = \frac{m_1}{m_0} \times 100\%$$

实施例 2

将 10 mmol 五氧化二钒加入 50ml 去离子水，在室温下磁力搅拌 3 小时后加入 4 mmol 模板剂和 2 mmol 表面活性剂并继续搅拌 6 小时得到悬浊液；将上述悬浊液转移至烧杯中，并置于功率为 100W 的超声清洗机中，在室温

下超声处理 12 小时；静置 0.5h，将上层溶液离心并经过 120℃常压干燥，即可得五氧化二钒纳米带。经计算，五氧化二钒纳米带的产率为 50%。

实施例 3

5 将 10 mmol 五氧化二钒加入 50ml 去离子水，在室温下磁力搅拌 3 小时后加入 4 mmol 模板剂和 2 mmol 表面活性剂并继续搅拌 6 小时得到悬浊液；将上述悬浊液转移至烧杯中，并置于功率为 500W 的超声清洗机中，在室温下超声处理 0.2 小时；静置 0.5h，将上层溶液离心并经过 120℃常压干燥，即可得五氧化二钒纳米带。经计算，五氧化二钒纳米带的产率为 41%。

实施例 4

10 将 10 mmol 五氧化二钒加入 50ml 去离子水，在室温下磁力搅拌 3 小时后加入 40 mmol 模板剂和 2 mmol 表面活性剂并继续搅拌 8 小时得到悬浊液；将上述悬浊液转移至烧杯中，并置于功率为 200W 的超声清洗机中，在室温下超声处理 6 小时；静置 0.5h，将上层溶液离心并经过 120℃常压干燥，即可得五氧化二钒纳米带。经计算，五氧化二钒纳米带的产率为 52%。

15 实施例 5

将 10 mmol 五氧化二钒加入 500ml 去离子水，在室温下磁力搅拌 4 小时后加入 0.5 mmol 模板剂和 2 mmol 表面活性剂并继续搅拌 2 小时得到悬浊液；将上述悬浊液转移至烧杯中，并置于功率为 300W 的超声清洗机中，在室温下超声处理 4 小时；静置 0.5h，将上层溶液离心并经过 120℃常压干燥，即可得五氧化二钒纳米带。经计算，五氧化二钒纳米带的产率为 26%。

对比例 1

25 将 10 mmol 五氧化二钒加入 50ml 去离子水，在室温下磁力搅拌 3 小时后加入 4 mmol 模板剂和 2 mmol 表面活性剂并继续搅拌 6 小时得到悬浊液；将上述悬浊液转移至烧杯中，并置于功率为 300W 的超声清洗机中，在室温下超声处理 0.1 小时；将上述超声处理过的材料离心并经过 80℃常压干燥，即可得五氧化二钒纳米带。经计算，五氧化二钒纳米带的产率为 12%。

对比例 2

将 10 mmol 五氧化二钒加入 50ml 去离子水，在室温下磁力搅拌 3 小时后加入 60 mmol 模板剂和 2 mmol 表面活性剂并继续搅拌 6 小时得到悬浊液；

将上述悬浊液转移至烧杯中，并置于功率为 300W 的超声清洗机中，在室温下超声处理 4 小时；五氧化二钒完全溶解，无法得到五氧化二钒纳米带。因此，五氧化二钒纳米带的产率为 0%。

对比例 3

- 5 将 10 mmol 五氧化二钒加入 50ml 去离子水，在室温下磁力搅拌 3 小时后加入 4 mmol 模板剂和 2 mmol 表面活性剂并继续搅拌 6 小时得到悬浊液；将上述悬浊液转移至烧杯中，并置于功率为 50W 的超声清洗机中，在室温下超声处理 12 小时；将上层溶液离心并经过 120°C 常压干燥，即可得五氧化二钒纳米带。经计算，五氧化二钒纳米带的产率为 0.1%。

10 对比例 4

- 将 10 mmol 五氧化二钒加入 50ml 去离子水，在室温下磁力搅拌 3 小时后加入 0.1 mmol 模板剂和 2 mmol 表面活性剂并继续搅拌 6 小时得到悬浊液；将上述悬浊液转移至烧杯中，并置于功率为 300W 的超声清洗机中，在室温下超声处理 4 小时；将上层溶液离心并经过 120°C 常压干燥，即可得五氧化二钒纳米带。经计算，五氧化二钒纳米带的产率为 5%。

- 上述说明示出并描述了发明的若干优选实施例，但如前所述，应当理解发明并非局限于本文所披露的形式，不应看作是对其他实施例的排除，而可用于各种其他组合、修改和环境，并能够在本文所述发明构想范围内，通过上述教导或相关领域的技术或知识进行改动。而本领域人员所进行的改动和变化不脱离发明的精神和范围，则都应在发明所附权利要求的保护范围内。