

【11】證書號數：I296996

【45】公告日：中華民國97(2008)年5月21日

【51】Int. Cl. : C01G33/00 (2006.01)

C01D13/00 (2006.01)

發明

全 6 頁

【54】名稱：鉬酸鈉奈米管製備方法

【21】申請案號：094145100

【22】申請日：中華民國94(2005)年12月19日

【11】公開編號：200724499

【43】公開日：中華民國96(2007)年7月1日

【72】發明人：林秋薰；黃育泯

【71】申請人：國立彰化師範大學 NATIONAL CHANGHUA UNIVERSITY OF EDUCATION
彰化縣彰化市進德路1號

【74】代理人：田國健

【56】參考文獻：

Journal of Xiangfun University Vol.26.No.5 Sept.2005

1

2

[57]申請專利範圍：

1. 一種鉬酸鈉奈米管製備方法，為將平均粒徑為 20-40 微米之五氧化二鉬粉末以 1g:100mL 之比例加入於 0.50M-3.0M 的氫氧化鈉水溶液中，溫度為 70-150°C，而當氫氧化鈉水溶液濃度低於 1M 時，其加熱溫度為 120-150°C，反應至少 5 天，其反應產物以去離子水潤洗後，化學分子式為 $\text{Na}_{8-x}\text{H}_x\text{Nb}_6\text{O}_{19} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ，其中 $x=0\sim 8$ 、 $n=0\sim 20$ 。
2. 如申請專利範圍第 1 項所述之鉬酸鈉奈米管製備方法，所合成之鉬酸鈉奈米管外管徑在 10-50nm 之間，內管徑在 2-10nm 之間。
3. 如申請專利範圍第 1 項所述之鉬酸鈉奈米管製備方法，所合成之鉬酸鈉奈米管其中之鈉離子具有離子交換性質，使用無機酸水溶液在室溫下即可進行離子交換。
4. 如申請專利範圍第 3 項所述之鉬酸鈉

奈米管製備方法，用來進行離子交換之無機酸水溶液濃度為 0.10-1.0M，無機酸可以是磷酸、鹽酸、硫酸。

圖式簡單說明：

第 1 圖：各樣品在不同實驗條件下環境的鹼液下之反應結構結果比較表

第 2 圖：不同潤洗次數的結果比較表

第 3 圖為鈮酸鈉奈米管掃描式電子顯微鏡圖像(放大 1.25K)。

第 4 圖為鈮酸鈉奈米管掃描式電子顯微鏡圖像(放大 25K)。

第 5 圖為鈮酸鈉奈米管穿透式電子顯微鏡圖像。

第 6 圖為鈮酸鈉奈米管之 X 光能量分散光譜儀圖譜。

第 7 圖為不同潤洗次數的鈮酸鈉奈米管，經過 600°C 鍛燒 5 小時後的產物的 XRD 圖譜：(A) 潤洗一次的奈米管；(B) 潤洗十次的奈米管；(C) NaNbO_3 的標準 XRD 圖譜(PDF 73-0298)；(D) $\text{Na}_2\text{Nb}_4\text{O}_{11}$ 的標準 XRD 圖譜(PDF 44-0060)。

5. 第 8 圖：各樣品經不同類型的無機酸潤洗比較表

第 9 圖為用不同無機酸潤洗的鈮酸鈉奈米管和 H 型絲光沸石的氦分子的層溫脫附圖譜(四極質譜儀設定偵測 $m/e=16$ 的信號)。

15.

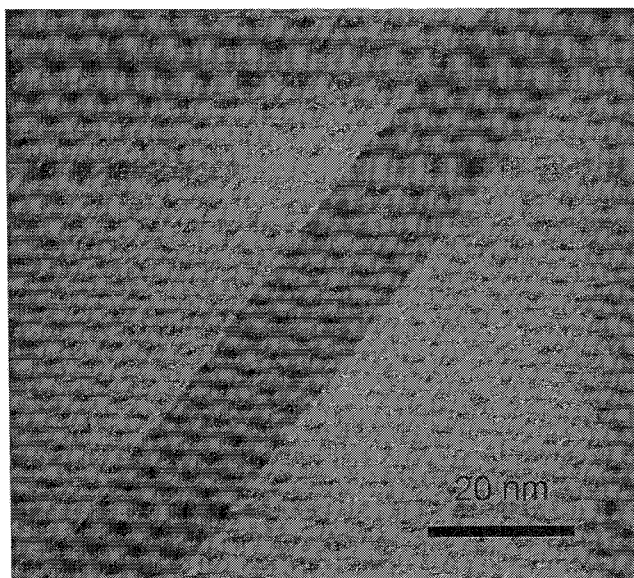
潤洗次數	Na (ppm)	Nb (ppm)	Na : Nb (atomic ratio)	X 值
1 次	125000	566000	0.893(5.358 : 6)	2.642
3 次	119000	576000	0.835(5.010 : 6)	2.990
5 次	121000	696000	0.703(4.218 : 6)	3.782
7 次	101000	613000	0.666(3.996 : 6)	4.004
10 次	70000	661000	0.429(2.574 : 6)	5.426

第 2 圖

(3)

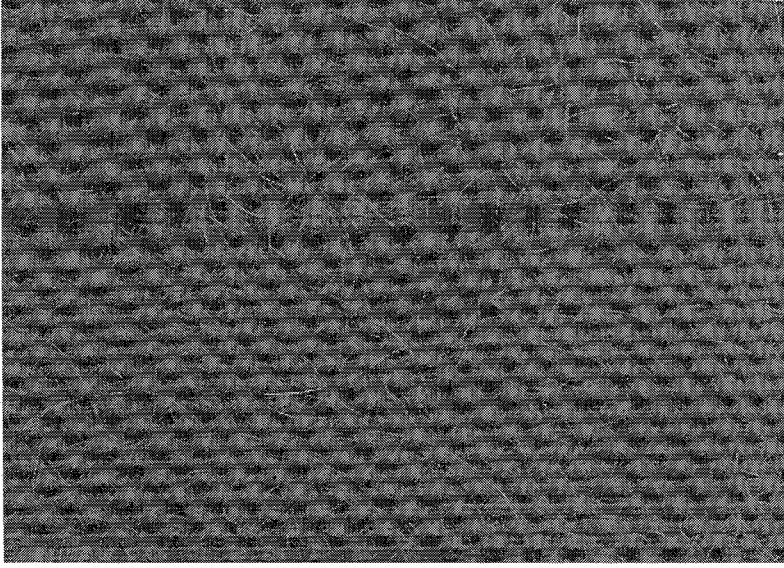
樣品編號	在鹼液下的反應條件	外型鑑定	好壞判斷
1-1	NaOH 0.1M × 120°C × 10days	Particle	×
1-2	NaOH 0.5M × 120°C × 10days	Particle/tube	▲
1-3	NaOH 0.5M × 150°C × 7days	Particle/tube	▲
1-4	NaOH 0.8M × 150°C × 5days	Particle/tube	▲
1-5	NaOH 0.8M × 150°C × 7days	Particle/tube	▲
1-6	NaOH 1M × 70°C × 9days	tube	●
1-7	NaOH 1M × 120°C × 7days	tube	●
1-8	NaOH 1M × 150°C × 7days	tube	●
1-9	NaOH 1M × 150°C × 5days	tube	●
1-10	NaOH 3M × 150°C × 5days	Particle/tube	▲
1-11	NaOH 3M × 150°C × 7days	Particle/tube	▲
1-12	NaOH 5M × 150°C × 5days	Particle	×
1-13	NaOH 10M × 150°C × 5days	Particle	×
1-14	KOH 0.5M × 150°C × 7days	Particle	×
1-15	KOH 0.1M × 150°C × 7days	Particle	×
1-16	KOH 3M × 150°C × 7days	Particle	×
1-17	KOH 10M × 150°C × 7days	Particle	×

第 1 圖

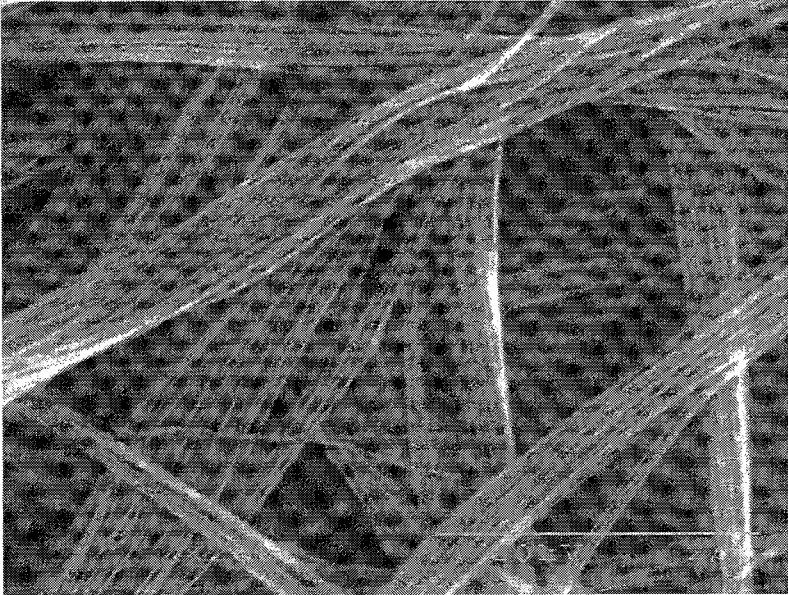


第 5 圖

(4)

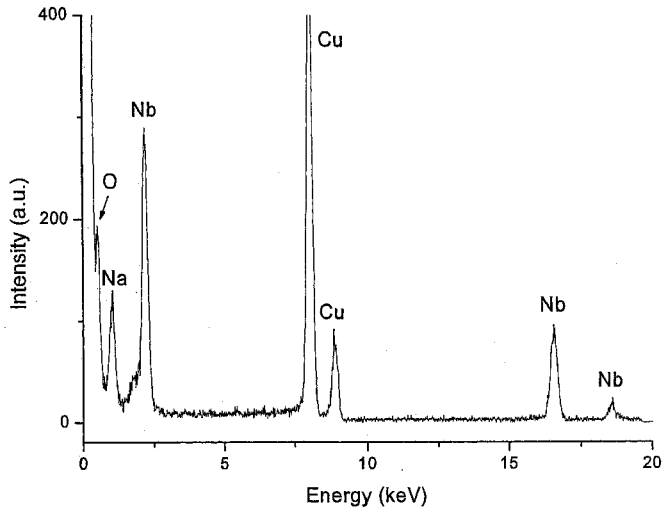


第 3 圖

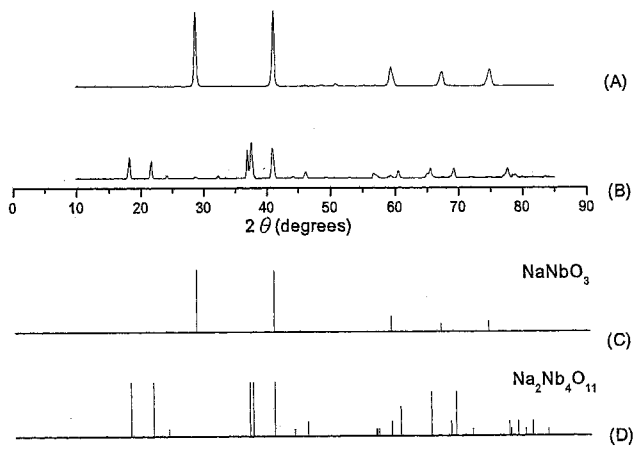


第 4 圖

(5)



第 6 圖

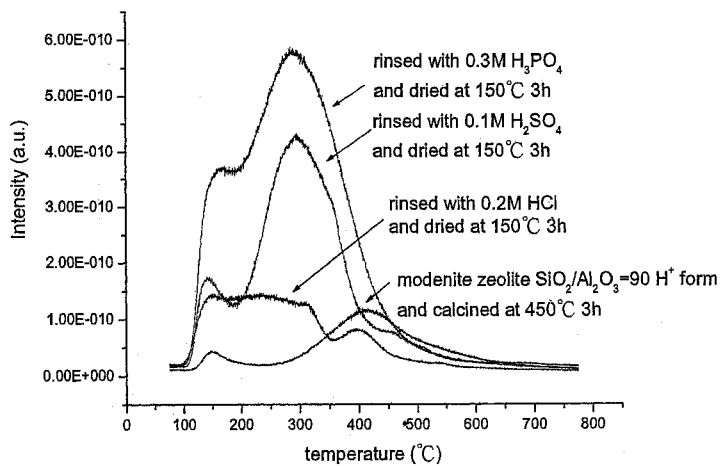


第 7 圖

(6)

樣品編號	無機酸水溶液潤洗	鈉含量(ppm)	鈉交換百分比(%)
3-1	0.10M 磷酸	140	>99
3-2	0.30M 磷酸	140	>99
3-3	0.50M 磷酸	140	>99
3-4	0.10M 硫酸	140	>99
3-5	0.30M 硫酸	160	>99
3-6	0.20M 鹽酸	12	>99

第 8 圖



第 9 圖