



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102557123 B

(45) 授权公告日 2014.03.12

(21) 申请号 201210032968.3

NH₃ and TaS₂•

(22) 申请日 2012.02.14

NH₃. 《Inorganic Chemistry》. 1975, 第 14 卷 (第 7 期), 第 1691-1696.

(73) 专利权人 中国科学院合肥物质科学研究院
地址 230031 安徽省合肥市蜀山湖路 350 号

审查员 张玉媛

(72) 发明人 张建 秦晓英 辛红星 宋春军
郭广磊

(74) 专利代理机构 安徽合肥华信知识产权代理
有限公司 34112

代理人 余成俊

(51) Int. Cl.

C01G 23/00 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 102101696 A, 2011.06.22, 权利要求 1、
说明书第 2 页实施例 4.

R. R. CHIANELLI et al.. Structural
Studies of the Intercalation Complexes
TiS₂•

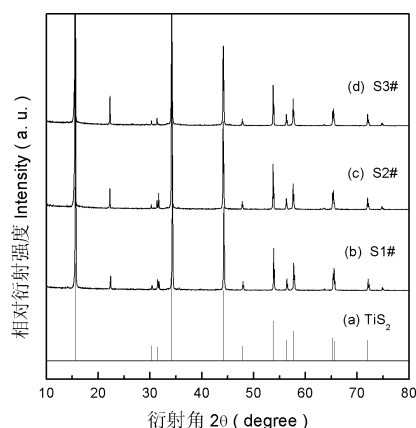
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种有机分子夹层二硫化钛化合物的合成方法

(57) 摘要

本发明公开了一种有机分子夹层二硫化钛化合物的合成方法, 首先合成出纯相化合物 TiS₂, 将其研磨成粉末, 配制一定的摩尔浓度的有机物溶液, 称量适量 TiS₂ 粉末加入到有机物溶液中, 并充分搅拌后将溶液加入到高压釜内胆中, 密封后放入烘箱, 120-150℃ 保温后, 多次洗涤, 过滤, 烘干, 即得到有机分子夹层二硫化钛化合物。该方法有效地降低了 TiS₂ 的热导率, 为改善 TiS₂ 的热电性能提供了一种可能方法, 该方法简单迅速。



1. 一种有机分子夹层二硫化钛化合物的合成方法,其特征在于:
包括以下步骤:
 - (1) 纯相化合物二硫化钛 TiS_2 , 将其研磨成粉末, 备用;
 - (2) 配制摩尔浓度为 0.01-0.1 mol/L、35mL-40mL 的有机物溶液备用;
 - (3) 称量 2-3 克步骤(1) 制得的 TiS_2 粉末加入到步骤(2) 的溶液中, 并充分搅拌;
 - (4) 将步骤(3) 制得的溶液加入到高压釜内胆中, 密封后放入烘箱, 120-150℃ 保温, 处理时间为 24 小时;
 - (5) 对步骤(4) 制得的溶液洗涤, 过滤, 烘干, 即得到有机分子夹层二硫化钛化合物;
所述的有机物溶液中的有机分子指的是尿素, 十六胺, 对苯二胺, 环己胺中的一种;
所述的高压釜内压力为大于 3 个大气压;
步骤(5) 中溶液洗涤的次数为 5-8 次。

一种有机分子夹层二硫化钛化合物的合成方法

技术领域

[0001] 本发明属层状化合物制备技术领域领域,尤其涉及一种有机分子夹层二硫化钛化合物的合成方法。

背景技术

[0002] 二硫化钛 (TiS_2) 是典型的过渡金属二硫族化物,对称空间群为 $P3m1$,它通常以八面体和三角棱柱两种结构 (1T 和 2H) 存在,这两种结构的主要区别就是金属原子的配位方式的差异:1T- TiS_2 是八面体配位结构,而 2H- TiS_2 是三角棱柱结构。其中最稳定存在的 1T- TiS_2 具有六方密堆 CdI_2 结构,六方基面垂直于基面呈高度各向异性;层内临近的六个 S 原子构成一个八面体, Ti 位于八面体中心,形成一个 TiS_6 八面体,它们以共价键结合;在 c 方向形成 S-Ti-S 的“三明治”层状结构,而层间通过很弱的范德瓦尔斯力结合。

[0003] 层状结构的 TiS_2 由于拥有间隙较大的范德瓦尔斯层,所以其他的分子原子很容易就能插层到其中,由于 Li^+ 能较容易的进出 TiS_2 的范德瓦尔斯层,所以 TiS_2 曾被作为非常有希望的锂离子电池的阴极材料被大量研究 [M. Stanley Whittingham, Chemistry of intercalation compounds: Metal guests in chalcogenide hosts, Prog. Solid State Chem, 12, (1978) 41-99; Z. Mao and R. E. White, A model for the deliverable capacity of the TiS_2 electrode in a Li/ TiS_2 cell, Journal of Power Sources, 43, (1993) 181-191; P. G. Bruce and M. Y. Saidi, The mechanism of electrointercalation, Journal of Electroanalytical Chemistry, 322, (1992) 93-105]。除了 Li, 如 Fe、Co、Ni 等过渡金属原子也被成功地插层到 TiS_2 的范德瓦尔斯层中,相关的夹层化合物的性质也都被详细地研究了。但是,据我们所知,没有关于有机分子夹层 TiS_2 的合成方法或者研究被报道。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提出一种采用水热法的有机分子夹层二硫化钛化合物的合成方法。

[0005] 为了实现上述目的本发明采用如下技术方案:

[0006] 一种有机分子夹层二硫化钛化合物的合成方法,其特征在于:包括以下步骤:

[0007] (1) 首先合成出纯相化合物二硫化钛 TiS_2 , 将其研磨成粉末, 备用;

[0008] (2) 配制摩尔浓度为 0.01-0.1mol/L、35ml-40ml 的有机物溶液备用;

[0009] (3) 称量 2-3 克 TiS_2 粉末加入到步骤 (2) 的溶液中, 并充分搅拌;

[0010] (4) 将步骤 (3) 溶液加入到高压釜内胆中, 密封后放入烘箱, 120-150℃ 保温, 处理时间为 24 小时左右;

[0011] (5) 对步骤 (4) 溶液洗涤, 过滤, 烘干, 即得到有机分子夹层二硫化钛化合物。

[0012] 所述的有机分子夹层二硫化钛化合物的合成方法, 其特征在于: 所述的有机物溶液中的有机分子指的是尿素, 十六胺, 对苯二胺, 环己胺中的一种。

[0013] 所述的有机分子夹层二硫化钛化合物的合成方法, 其特征在于: 所述的高压釜内

压力为大于 3 个大气压。

[0014] 所述的有机分子夹层二硫化钛化合物的合成方法,其特征在于:步骤(5)中溶液的洗涤次数为 5-8 次。

[0015] 本发明的原理为:

[0016] 本发明利用已经合成的 TiS_2 多晶粉体,采取高压釜合成方法,在一定的温度和压力条件下将有机分子引入到 TiS_2 的范德瓦尔斯层中,得到有机分子夹层 TiS_2 化合物。

[0017] 本发明的有益效果:

[0018] 该方法有效地降低了 TiS_2 的热导率,为改善 TiS_2 的热电性能提供了一种可能方法,该方法简单迅速。

附图说明

[0019] 图 1 为纯 TiS_2 以及尿素夹层化合物的 XRD 衍射图谱;

[0020] 图 2 为纯 TiS_2 以及尿素夹层化合物的热导率。

具体实施方式

[0021] 实施例 1:一种有机分子夹层二硫化钛化合物的合成方法,其特征在于:包括以下步骤:

[0022] (1) 首先合成出纯相化合物二硫化钛 TiS_2 ,将其研磨成粉末,备用;

[0023] (2) 配制摩尔浓度为 0.01-0.1mol/L 的有机物溶液,其体积为高压釜内胆容量的 80% -90%,备用;

[0024] (3) 称量 2-3 克 TiS_2 粉末加入到步骤(2)的 30-40ml 溶液中,并充分搅拌;

[0025] (4) 将步骤(3)溶液加入到高压釜内胆中,密封后放入烘箱,120-150℃保温,处理时间为 24 小时左右;

[0026] (5) 对步骤(4)溶液洗涤,过滤,烘干,即得到有机分子夹层二硫化钛化合物。

[0027] 所述的有机分子夹层二硫化钛化合物的合成方法,其特征在于:所述的有机物溶液中的有机分子指的是尿素,十六胺,对苯二胺,环己胺中的一种。

[0028] 所述的有机分子夹层二硫化钛化合物的合成方法,其特征在于:所述的高压釜内压力为大于 3 个大气压。

[0029] 所述的有机分子夹层二硫化钛化合物的合成方法,其特征在于:步骤(5)中溶液的洗涤次数为 5-8 次:

[0030] 实施例 2:尿素分子的夹层 TiS_2 化合物的合成方法

[0031] 1) 首先合成出纯相化合物 TiS_2 ,将其研磨成均匀粉末;

[0032] 2) 配制一定摩尔浓度(在本示例中我们分别采取 12.5, 25, 50mmol/L 三种浓度)的尿素溶液(体积为 35ml-40ml);

[0033] 3) 称量 3 克 TiS_2 粉末加入到步骤 2) 溶液中,并充分搅拌;

[0034] 4) 将步骤 3) 溶液加入到高压釜内胆中,压力为大于三个大气压,密封放入烘箱,120℃保温,在低温高压的合成环境中处理时间为 24 小时;

[0035] 5) 对步骤 4) 溶液多次洗涤,过滤,烘干即得到有机分子夹层二硫化钛化合物。

[0036] 6) 合成化合物的 XRD 衍射图以及合成样品的热导率如图 1(其中曲线(a)是纯

TiS₂, 曲线 (b) S1#, (c) S2#, (d) S3# 分别代表 12.5, 25, 50mmol/L 三种不同浓度的尿素溶液合成的样品。从图中可以看出 : 尿素分子的夹层的化合物的 XRD 衍射图谱与 TiS₂ 基本一致, 说明夹层化合物与 TiS₂ 有着一致的晶体结构 ; 另外, 由图 2 可知夹层化合物的热导率相比于 TiS₂ 明显降低, 对应于 12.5mmol/L 的尿素溶液合成的样品, 其热导率降低了约 50%, 达到了 $1.5\text{W} \cdot \text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$ 。

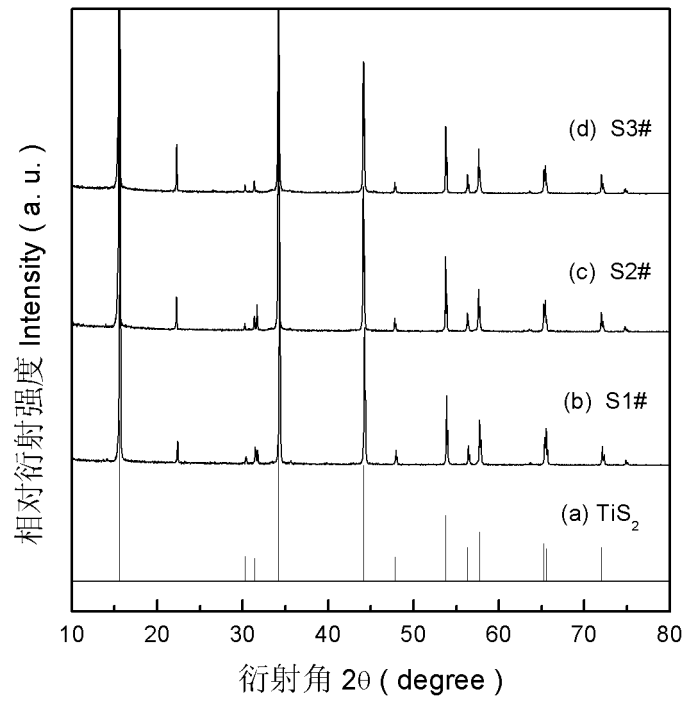


图 1

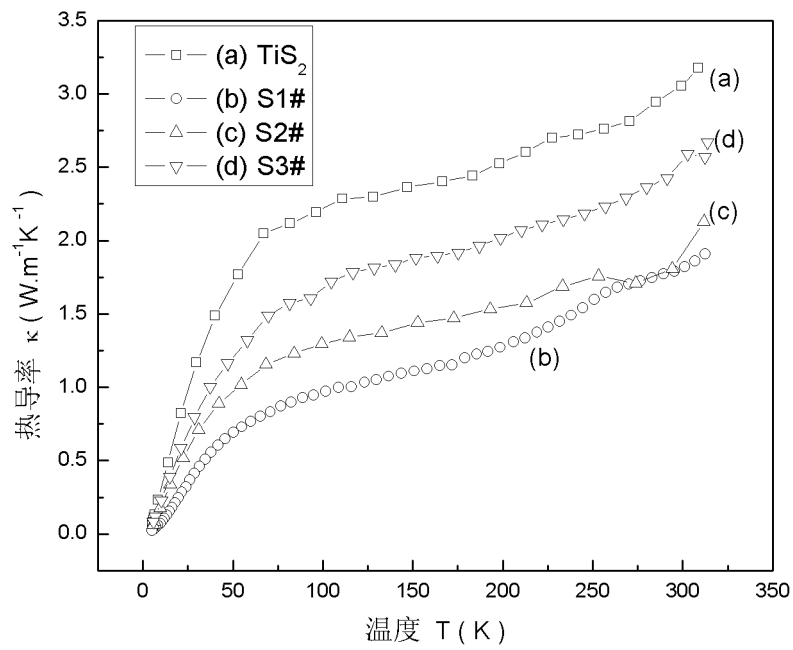


图 2