



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113355472 B

(45) 授权公告日 2022.05.31

(21) 申请号 202110487783.0

(22) 申请日 2021.04.30

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 113355472 A

(43) 申请公布日 2021.09.07

(73) 专利权人 中国科学院地球化学研究所  
地址 550081 贵州省贵阳市观山湖区林城西路99号

专利权人 桂林理工大学 南宁理工学院

(72) 发明人 彭艳华 李雄耀 曾小家 唐红 莫冰

(74) 专利代理机构 北京中济纬天专利代理有限公司 11429

专利代理师 郭萍

(51) Int.Cl.

G21B 13/00 (2006.01)

B22F 1/054 (2022.01)

B22F 1/052 (2022.01)

B22F 9/08 (2006.01)

B82Y 30/00 (2011.01)

B82Y 40/00 (2011.01)

审查员 刘荣

权利要求书1页 说明书8页 附图8页

(54) 发明名称

一种模拟月壤/月尘中纳米-亚微米级单质铁的制备方法

(57) 摘要

本发明提供了一种模拟月壤/月尘中纳米-亚微米级单质铁的制备方法,包括以下步骤:(1)将模拟月壤CLRS-2与石墨片装入坩埚中,控制模拟月壤CLRS-2与石墨片的质量比为(26~27):1;(2)将所述坩埚置于高温气氛炉中,对高温气氛炉抽真空后通入氩气;(3)将高温气氛炉加热至1550~1600℃,并在该温度保温3.5~4h;(4)保温结束后,立即将坩埚中的反应产物置于水中进行淬火处理,即得含纳米-亚微米级单质铁的模拟月壤/月尘。本发明制备的产物的成分接近真实月壤/月尘,其中的单质铁的粒径不超过300nm,也与真实月壤/月尘中单质铁的粒径接近,同时该方法工艺简单、生产过程安全、不引入杂质、可以批量生产,能更好地满足工程试验的需求。



1. 一种模拟月壤/月尘中纳米-亚微米级单质铁的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将模拟月壤CLRS-2与石墨片装入坩埚中,所述模拟月壤CLRS-2与石墨片的质量比为(26~27): 1;

(2) 将装有模拟月壤CLRS-2和石墨片的坩埚置于高温气氛炉中,对高温气氛炉抽真空以排除空气,然后向高温气氛炉中通入氩气;

(3) 以至少10°C/min的升温速率将高温气氛炉加热至1550~1600°C,并在该温度保温3.5~4h,保温过程中,模拟月壤CLRS-2处于完全熔融状态与石墨片反应;

(4) 步骤(3)保温结束后,立即将坩埚中的反应产物置于水中进行淬火处理,即得含纳米-亚微米级单质铁的模拟月壤/月尘。

2. 根据权利要求1所述模拟月壤/月尘中纳米-亚微米级单质铁的制备方法,其特征在于,所述坩埚为铂坩埚或氧化铝坩埚。

3. 根据权利要求1或2所述模拟月壤/月尘中纳米-亚微米级单质铁的制备方法,其特征在于,步骤(4)制备得到的含纳米-亚微米级单质铁的模拟月壤/月尘中,单质铁的粒径不超过300nm,单质铁为 $\alpha$ -Fe。

## 一种模拟月壤/月尘中纳米-亚微米级单质铁的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于天体模拟材料领域,涉及模拟月壤/月尘中纳米-亚微米级单质铁的制备方法。

### 背景技术

[0002] 人们通过对阿波罗号返回的月球样品研究发现,玻璃质是组成月壤的主要物质成分之一,特别是对于月尘(月尘是指月壤中粒径 $<20$ 微米的部分),胶结质玻璃的含量高达 $\sim 80\text{vol}\%$ 。在这种胶结质玻璃中有一种独特的成分——金属铁单质,这些金属铁单质对月壤/月尘的物理、化学特性有着重要的影响。研究表明,月尘的粘附性、漂浮性以及生物毒性等均与单质铁成分有密切关系。随着新一轮月球探测工程的展开,人们迫切需要解决月尘对航天服、航天器造成的粘附、磨损、遮挡、阻塞等现实问题。鉴于月球样品的珍稀性,月壤/月尘中金属铁单质对其物理化学性质影响的详细研究,特别是工程试验研究,主要依赖于大量的地球模拟样品来进行的,因而批量制备满足需求的月壤/月尘模拟样品显得尤为重要。

[0003] 月壤中的金属铁单质主要有两种赋存状态,一种是包裹于胶结质玻璃相中,一种是存在于矿物颗粒表面的非晶层中。对于矿物颗粒表面非晶层中的铁单质的成因,目前主要认为是蒸发沉积作用和溅射沉积作用所形成的,这种类型的金属铁单质的粒径分布在几纳米至几十纳米之间,平均粒径只有 $3\text{nm}$ 左右;胶结质玻璃相中的金属铁单质主要是由于陨石或微陨石撞击月球表面时发生高温熔融还原作用形成的,研究发现胶结质玻璃中的金属铁单质粒径分布在几十纳米至 $2$ 微米之间,平均粒径约为 $100\text{nm}$ 。鉴于亚微米级单质铁制备工艺的局限性,目前国内外的模拟月壤/月尘样品,仅有中国科学院地球化学研究所研制的CLDS-i模拟月尘样品中添加了纳米金属铁单质,但是其产量低,无法满足工程需求。美国研制的模拟月尘JSC-1A样品中曾尝试添加纳米金属铁,但后来被证实添加的成分实际上为钛磁铁矿(Ti-magnetite)。

[0004] 目前制备亚微米级单质铁的方法主要有两种:物理法和化学法。物理方法主要是气相沉积法,运用激光加热蒸发、电子束照射、溅射等方法使铁靶气化,随后纳米铁颗粒因急剧冷却而沉积在斜长石、辉石、橄榄石等矿物颗粒表面,目前这种方法的工艺条件还不是特别完善,产物容易遭受污染,并且该方法效率低,样品的制备量只有毫克至克级别。化学方法主要有热分解法和热还原法,热分解法是在高温条件下加热钛铁矿等含铁矿物,使矿物分解后得到铁单质,该方法的产物成分与天然月壤中的胶结质玻璃成分差异大,生成的金属铁单质粒径较大,在 $100\sim 1000\text{nm}$ 之间。热还原法通常采用氢气或一氧化碳等还原性气体还原玄武岩、玻璃和含铁矿物(斜长石、辉石、橄榄石、钛铁矿等)来制取铁单质,但是,使用氢气和一氧化碳在高温实验过程中容易发生爆炸,安全隐患较大,并且,该方法获得的金属铁单质粒径也偏大,在 $100\sim 2000\text{nm}$ 之间。

[0005] 为了获得粒径较小的金属铁单质,有研究先通过制备含有不同孔径的溶胶载体,随后将硝酸铁浸泡在其中,让铁离子进入溶胶孔径中,将浸有硝酸铁的溶胶置于空气中干

燥,然后在550℃煅烧60~80小时,得到含有纳米赤铁矿的硅胶。将该硅胶研磨成粉末,在850℃的条件下通入氢气,加热4小时,还原得到了10~60nm的金属铁单质。虽然该方法获得的纳米铁的粒径很小,但是实验过程十分复杂,条件不易控制,并且得到的产物的玻璃质成分主要为单一的二氧化硅,与实际月壤成分差异较大。

[0006] 本领域技术人员期望的模拟月壤/月尘中纳米-亚微米级金属铁单质的制备方法,首先应满足产物成分尽可能接近真实月壤/月尘,同时工艺简单、生产过程安全、不引入杂质、可以批量生产以满足工程需求,其次是制备的单质铁的粒径应尽可能地接近真实月壤/月尘中单质金属铁的粒径,但现有的方法或多或少都存在一些问题,无法同时满足这些要求。

## 发明内容

[0007] 针对现有制备模拟月壤/月尘中铁单质的方法存在的工艺复杂、效率低,危险系数大,易混入杂质以及单质铁粒径偏大或者是产品成分构成与实际月壤/月尘的差异大等不足,本发明提供了一种模拟月壤/月尘中的纳米-亚微米级单质铁的制备方法,以获得含有较小粒径的金属铁单质且成分与月壤/月尘十分接近的模拟月壤/月尘,同时避免在制备过程中引入杂质、简化制备工艺,提高生产效率和生产过程安全性,从而更好地满足工程试验的需求。

[0008] 为实现上述发明目的,本发明采用的技术方案如下:

[0009] 一种模拟月壤/月尘中纳米-亚微米级单质铁的制备方法,包括以下步骤:

[0010] (1) 将模拟月壤CLRS-2与石墨片装入坩埚中,所述模拟月壤CLRS-2与石墨片的质量比为(26~27):1;

[0011] (2) 将装有模拟月壤CLRS-2和石墨片的坩埚置于高温气氛炉中,对高温气氛炉抽真空以排除空气,然后向高温气氛炉中通入氩气;

[0012] (3) 将高温气氛炉加热至1550~1600℃,并在该温度条件下保温3.5~4h,保温过程中,模拟月壤CLRS-2处于完全熔融状态与石墨片反应;

[0013] (4) 步骤(3)保温结束后,立即将坩埚中的反应产物置于水中进行淬火处理,即得含纳米-亚微米级单质铁的模拟月壤/月尘。

[0014] 上述模拟月壤/月尘中纳米-亚微米级单质铁的制备方法的步骤(3)中,对高温气氛炉加热时,升温速率越快越好,因为在低温条件下由于热动力相对更差,单质铁还原的速度要比结晶速度慢,容易导致单质铁粒径变大。通常,升温速率会受到高温气氛炉设备的限制,但最好是以至少10℃/min的升温速率将高温气氛炉加热至1550~1600℃。

[0015] 上述模拟月壤/月尘中纳米-亚微米级单质铁的制备方法中,所述坩埚的材质只要满足耐高温(至少耐1600℃的高温)、耐酸碱、不易分解以及不引入杂质即可,例如可行的坩埚包括铂坩埚、氧化铝坩埚等。

[0016] 上述模拟月壤/月尘中纳米-亚微米级单质铁的制备方法的步骤(2)中,对高温气氛炉抽真空的作用是充分排除高温气氛炉腔体内的空气,向高温气氛炉中通入氩气的作用是使坩埚及其中的物料处于氩气保护气氛中,以避免在升温 and 保温过程中坩埚中的物料被空气氧化。

[0017] 上述模拟月壤/月尘中纳米-亚微米级单质铁的制备方法中,步骤(4)制备得到的

含纳米-亚微米级单质铁的模拟月壤/月尘中,单质铁的粒径不超过300nm,单质铁为 $\alpha$ -Fe。

[0018] 上述模拟月壤/月尘中纳米-亚微米级单质铁的制备方法的步骤(4)中,所述立即将坩埚中的反应产物置于水中进行淬火处理,是指将反应产物置于温度为室温的水中使其快速冷却。

[0019] 本发明通过利用扫描电镜(SEM)和能谱分析(EDS)测试本发明制备得到的模拟月壤的物相形貌与成分特征,初步确认采用本发明的方法制备得到的模拟月壤中分布有粒径不超过300nm的金属铁单质,通过透射电镜高分辨图像以及选区电子衍射图像进一步证实,本发明制备得到的模拟月壤中的金属铁单质粒子与 $\alpha$ -Fe的晶面具有相同的晶面间距( $d_{110}=d_{101}=d_{011}=2.02\text{\AA}$ )和晶面夹角,进一步确认了我们制备得到的模拟月壤中的铁单质为 $\alpha$ -Fe,通过原位XRD分析技术证实,本发明制备将模拟月壤CLRS-2用石墨片还原后,除了在模拟月壤CLRS-2中新生成了 $\alpha$ -Fe之外,未发现石墨片残留,也未产生其他的新物相,说明本发明的方法在制备含纳米-亚微米级单质铁的模拟月壤时,不会引入杂质。

[0020] 与现有技术相比,本发明提供的技术方案产生了以下有益的技术效果:

[0021] 1. 本发明提供了一种模拟月壤/月尘中纳米-亚微米级单质铁的制备方法,该方法将模拟月壤CLRS-2与石墨片按特定比例在氩气保护气氛下加热1550~1600℃并在该温度条件下保温3.5~4h,保温结束后,将所得反应产物置于水中进行淬火处理,即得含纳米-亚微米级单质铁的模拟月壤/月尘。相对于物理法,本发明的方法工艺更简单、生产效率更高,相对于现有的热还原法,本发明的方法因无需使用氢气和一氧化碳等还原性气体而具有安全性更高的优势,本发明在简化制备工艺、提高生产效率的同时能有效增加生产过程的安全性,有利于实现批量生产,可更好地满足工程试验的需求。

[0022] 2. 本发明通过实验证实,采用本发明的方法制备的模拟月壤中含有粒径不超过300nm的单质 $\alpha$ -Fe,与真实月壤/月尘中的单质 $\alpha$ -Fe颗粒的粒径较为接近,粒径分布在天然月壤玻璃质中的单质铁粒径范围(几十纳米至2微米)内。同时,本发明制备的产物中无碳残留,并且,由于本发明以高钛玄武质模拟月壤为原料进行制备,因而产物的化学成分与真实月壤/月尘十分接近。本发明解决了现有物理法的制备过程容易造成产品污染,以及现有热分解法和热还原法制备的单质铁粒径过大的问题,还解决了现有热分解法和以溶胶载体为基础制备单质铁的方法得到的产物成分与实际月壤成分差异较大的问题。

## 附图说明

[0023] 图1是实施例1制备的产物的背散射(SEM)图片。

[0024] 图2是实施例1制备的产物中的单质铁的EDS分析图片。

[0025] 图3是实施例1制备的产物中的单质铁的高角度环形暗场像(HAADF)图像。

[0026] 图4是实施例1制备的产物中的单质铁的局部高分辨透射电镜图像。

[0027] 图5是实施例1制备的产物中的单质铁的选区电子衍射分析(SAED)图像。

[0028] 图6是实施例1制备的产物的XRD原位分析图像。

[0029] 图7是对比例1制备的产物的背散射(SEM)图像。

[0030] 图8是对比例1制备的产物的EDS测试图片。

[0031] 图9是对比例2制备的产物与初始物料以及加热前混合物的对比图。

[0032] 图10是对比例2制备的产物的XRD测试图片。

- [0033] 图11是对比例2制备的产物的EDS测试图片。
- [0034] 图12是对比例3制备的产物的背散射 (SEM) 图像。
- [0035] 图13是对比例3制备的产物的XRD测试图片。
- [0036] 图14是对比例4制备的产物的背散射 (SEM) 图像。
- [0037] 图15是对比例5制备的产物的背散射 (SEM) 图像。
- [0038] 图16是对比例6制备的产物的背散射 (SEM) 图像。

### 具体实施方式

[0039] 下面通过实施例对本发明所述模拟月壤/月尘中的纳米-亚微米级单质铁的制备方法作进一步说明。有必要指出,以下实施例只用于对本发明作进一步说明,不能理解为对本发明保护范围的限制,所属领域技术人员根据上述发明内容对本发明做出一些非本质的改进和调整进行具体实施,仍属于本发明的保护范围。

[0040] 下述各实施例和对比例中,所述模拟月壤CLRS-2是由中国科学院研制的高钛玄武质模拟月壤,是国家标准样品,其成分与天壤月壤成分十分接近,CLRS-2模拟月壤样品可从市面上购买得到。

[0041] 实施例1

[0042] 本实施例中,提供模拟月壤中纳米-亚微米级单质铁的制备方法,步骤如下:

[0043] (1) 将38.9g模拟月壤CLRS-2装入氧化铝坩埚中,然后向氧化铝坩埚中插入1.46g石墨片。

[0044] (2) 将装有模拟月壤CLRS-2和石墨片的氧化铝坩埚置于高温气氛炉中,对高温气氛炉抽真空以充分排除高温气氛炉腔体内的空气,然后向高温气氛炉中通入高纯氩气,以保证坩埚内的物料在反应过程中处于氩气保护气氛中,避免形成的还原产物被空气氧化。

[0045] (3) 打开高温气氛炉加热开关,以10°C/min的升温速率将高温气氛炉加热至1600°C,并在1600°C条件下保温4h,保温过程中,模拟月壤CLRS-2处于完全熔融状态与石墨片反应。

[0046] (4) 步骤(3)保温结束后,立即取出氧化铝坩埚,并将其中的反应产物倒入温度为室温的水中进行淬火处理,待样品冷却后,即得含纳米-亚微米级单质铁的模拟月壤。

[0047] 步骤(4)淬火冷却后得到了玻璃质样品,将该样品磨制成光片,利用扫描电镜(SEM)和能谱(EDS)分析该光片,图1是该光片的背散射图片,图中可见玻璃质中分布着大量圆形明亮小颗粒(如图1中箭头指向的<sup>0</sup>Fe粒子),图中小颗粒的粒径分布在纳米-亚微米尺度。图2是该光片中金属颗粒的能谱分析图片,由图可知小颗粒极为富铁,初步确认小颗粒为金属铁单质,能谱图中之所以有少量Si和P等元素,可能是由于颗粒粒径太小,束斑打到周围的物质上形成的。为了进一步确认该样品中金属铁单质的性质,对光片进行聚焦离子束(FIB)原位超薄切片,进行高分辨率透射电镜(High Resolution TEM,HRTEM)的晶格结构像以及选区电子衍射分析(Selected Area Electron Diffraction,SAED),结果如图3~5所示。由图3可知,金属铁单质颗粒粒径约为280nm,图4~5表明该样品中的金属铁单质粒子与 $\alpha$ -Fe的晶面具有相同的晶面间距( $d_{110}=d_{101}=d_{011}=2.02\text{\AA}$ )和晶面夹角,进一步确认了样品中的金属粒子为 $\alpha$ -Fe单质。图6是本实施例制备的样品的XRD原位分析图像,该图也可以证实样品中的金属粒子为 $\alpha$ -Fe单质。

[0048] 对比例1

[0049] 本对比例中,将实施例1中的石墨片替换为等量的炭黑粉末,按照实施例1的操作制备模拟月壤,步骤如下:

[0050] (1) 将38.9g模拟月壤CLRS-2与1.46g炭黑粉末混合后装入氧化铝坩埚中。

[0051] (2) 将装有模拟月壤CLRS-2和炭黑的氧化铝坩埚置于高温气氛炉中,对高温气氛炉抽真空充分排除高温气氛炉腔体内的空气,然后向高温气氛炉中通入高纯氩气,以保证样品在反应过程中处于氩气保护气氛中,避免还原产物被空气氧化。

[0052] (3) 打开高温气氛炉加热开关,以10°C/min的升温速率将高温气氛炉加热至1600°C,并在1600°C保温4h,保温过程中,模拟月壤CLRS-2处于完全熔融状态与炭黑反应。

[0053] (4) 步骤(3)保温结束后,立即取出氧化铝坩埚,并将其中的反应产物倒入温度为室温的水中进行淬火处理,待样品冷却后,即得玻璃质产物。

[0054] 将步骤(4)淬火冷却后得到的玻璃质产物磨制成光片,利用SEM观察光片中的金属单质铁的粒径,结果如图7所示,由图可知,该对比例制备的玻璃质产物中,单质铁的粒径高达2.8 $\mu\text{m}$ 左右。利用EDS分析该光片,结果如图8所示,图中有C峰出现,表明该对比例制备的玻璃质产物中有碳残留。

[0055] 对比例2

[0056] 本对比例中,改变对比例1中模拟月壤CLRS-2与炭黑的质量比并调整还原反应的温度与时间,制备模拟月壤,步骤如下:

[0057] (1) 将10.6g模拟月壤CLRS-2与2g炭黑粉末(二者的质量比为5.3:1)混合后装入氧化铝坩埚中。

[0058] (2) 将装有模拟月壤CLRS-2和炭黑的氧化铝坩埚置于高温气氛炉中,对高温气氛炉抽真空以充分排除高温气氛炉腔体内的空气,然后向高温气氛炉中通入高纯氩气,以保证坩埚内的物料在反应过程中处于氩气保护气氛中,避免形成的还原产物被空气氧化。

[0059] (3) 打开高温气氛炉加热开关,以10°C/min的升温速率将高温气氛炉加热至1050°C,并在1050°C温度下保温1.3h,在保温过程中,模拟月壤CLRS-2未发生熔融,始终处于粉末状态。

[0060] (4) 步骤(3)保温结束后,立即取出氧化铝坩埚并置于空气氛围中冷却至室温,得到粉末状的产物。

[0061] 本对比例制备的产物与初始物料及加热前混合物的对比图如图9所示,由图可知,本对比例制备的粉末状产物颜色发黑,表明粉末状产物中残留有大量炭黑粉末。对本对比例制备的粉末状产物进行XRD粉晶衍射试验,结果如图10所示,图中有 $\alpha$ -Fe峰出现,产物的物相构成主要有 $\alpha$ -Fe、斜长石、辉石以及橄榄石,说明该过程有 $\alpha$ -Fe生成,因为炭黑粉末中的碳为非定型晶,所以XRD不能检测到产物中的碳。进一步对本对比例制备的产物进行EDS成分分析,结果如图11所示,图中有C峰出现,表明该对比例制备的粉末状产物中有大量的碳残留。

[0062] 对比例3

[0063] 本对比例中,改变实施例1中进行还原反应的温度,按照实施例1的操作制备模拟月壤,步骤如下:

[0064] (1) 将38.9g模拟月壤CLRS-2装入氧化铝坩埚中,然后向氧化铝坩埚中插入1.46g

石墨片。

[0065] (2) 将装有模拟月壤CLRS-2和石墨片的氧化铝坩埚置于高温气氛炉中,对高温气氛炉抽真空以充分排除高温气氛炉腔体内的空气,然后向高温气氛炉中通入高纯氩气,以保证坩埚内的物料在反应过程中处于氩气保护气氛中,避免形成的反应产物被空气氧化。

[0066] (3) 打开高温气氛炉加热开关,以10°C/min的升温速率将高温气氛炉加热至1150°C,并在1150°C保温4h,保温过程中,在保温过程中,模拟月壤CLRS-2未发生熔融(模拟月壤CLRS-2的完全熔融温度约为1200°C),始终处于粉末状态与石墨片反应。

[0067] (4) 步骤(3)保温结束后,立即取出氧化铝坩埚并置于空气氛围中冷却至室温,得粉末状的产物。

[0068] 本对比例制备的产物呈粉末状,其中有石墨片残留,采用SEM观察该产物,结果如图12所示,由图可知,产物中矿物颗粒晶形完整,未发生熔融,也没有发现金属单质铁颗粒。为了进一步确认产物物相组成,将该产物进行XRD粉晶衍射分析,结果如图13所示,图中未发现有 $\alpha$ -Fe峰,这也证实在本对比例条件下未形成单质铁。

[0069] 对比例4

[0070] 本对比例中,改变实施例1中进行还原反应的温度,按照实施例1的操作制备模拟月壤,步骤如下:

[0071] (1) 将38.9g模拟月壤CLRS-2装入氧化铝坩埚中,然后向氧化铝坩埚中插入1.46g石墨片。

[0072] (2) 将装有模拟月壤CLRS-2和石墨片的氧化铝坩埚置于高温气氛炉中,对高温气氛炉抽真空以充分排除高温气氛炉腔体内的空气,然后向高温气氛炉中通入高纯氩气,以保证坩埚内的物料在反应过程中处于氩气保护气氛中,避免形成的还原产物被空气氧化。

[0073] (3) 打开高温气氛炉加热开关,以10°C/min的升温速率将高温气氛炉加热至1400°C,并在1400°C保温4h,保温过程中,模拟月壤CLRS-2处于完全熔融状态与石墨片反应。

[0074] (4) 步骤(3)保温结束后,立即取出氧化铝坩埚,并将其中的反应产物倒入温度为室温的水中进行淬火处理,待样品冷却后,即得玻璃质产物。

[0075] 将本对比例淬火冷却后得到的玻璃质产物磨制成光片,利用SEM观察光片,结果如图14所示,由图可知,该产物中含有金属铁粒子,但金属铁粒子的尺寸差异很大,最大的金属铁粒子的粒径达到了5 $\mu$ m左右。

[0076] 对比例5

[0077] 本对比例中,改变实施例1中进行还原反应的时间,按照实施例1的操作制备模拟月壤,步骤如下:

[0078] (1) 将38.9g模拟月壤CLRS-2装入氧化铝坩埚中,然后向氧化铝坩埚中插入1.46g石墨片。

[0079] (2) 将装有模拟月壤CLRS-2和石墨片的氧化铝坩埚置于高温气氛炉中,对高温气氛炉抽真空以充分排除高温气氛炉腔体内的空气,然后向高温气氛炉中通入高纯氩气,以保证坩埚内的物料在反应过程中处于氩气保护气氛中,避免形成的还原产物被空气氧化。

[0080] (3) 打开高温气氛炉加热开关,以10°C/min的升温速率将高温气氛炉加热至1600°C,并在1600°C保温3h,保温过程中,模拟月壤CLRS-2处于完全熔融状态与石墨片反应。

[0081] (4) 步骤(3)保温结束后,立即取出氧化铝坩埚,并将其中的反应产物倒入温度为



室温的水中进行淬火处理,待样品冷却后,即得玻璃质产物。

[0082] 将本对比例淬火冷却后得到的玻璃质产物磨制成光片,利用SEM观察样品,结果如图15所示,由图可知,该产物中含有金属铁粒子,但金属铁粒子的尺寸差异很大,最大的金属铁粒子的粒径达到了7.5 $\mu\text{m}$ 左右。

[0083] 对比例6

[0084] 本对比例中,改变实施例1中进行还原反应的时间,按照实施例1的操作制备模拟月壤,步骤如下:

[0085] (1) 将38.9g模拟月壤CLRS-2装入氧化铝坩埚中,然后向氧化铝坩埚中插入1.46g石墨片。

[0086] (2) 将装有模拟月壤CLRS-2和石墨片的氧化铝坩埚置于高温气氛炉中,对高温气氛炉抽真空以充分排除高温气氛炉腔体内的空气,然后向高温气氛炉中通入高纯氩气,以保证坩埚内的物料在反应过程中处于氩气保护气氛中,避免形成的还原产物被空气氧化。

[0087] (3) 打开高温气氛炉加热开关,以10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率将高温气氛炉加热至1600 $^{\circ}\text{C}$ ,并在1600 $^{\circ}\text{C}$ 保温4.5h,保温过程中,模拟月壤CLRS-2处于完全熔融状态与石墨片反应。

[0088] (4) 步骤(3)保温结束后,立即取出氧化铝坩埚,并将其中的反应产物倒入温度为室温的水中进行淬火处理,待样品冷却后,即得玻璃质产物。

[0089] 将本对比例淬火冷却后得到的玻璃质产物磨制成光片,利用SEM观察样品,结果如图16所示,由图可知,该产物中含有金属铁粒子,但金属铁粒子的尺寸差异很大,最大的金属铁粒子的粒径达到了8.3 $\mu\text{m}$ 左右。

[0090] 结合实施例1及对比例1可知,在相同的原料比例及还原反应条件下,实施例1以石墨片作为还原剂,制备的模拟月壤中单质铁的粒径不超过300nm,而对比例1以炭黑粉末作为还原剂,制备的模拟月壤中单质铁的粒径则高达2.6 $\mu\text{m}$ ,二者的粒径差异非常明显,同时,以炭黑粉末作为还原剂,制备的模拟月壤中残留有未反应的炭黑粉末,而以石墨片作为还原剂时则未出现碳残留,说明还原剂的选择不仅对单质铁的粒径产生了显著的影响,而且还会影响产品的杂质残留问题。由于二者均以碳作为还原剂,因而从还原反应生产单质铁的原理的角度来看,这种技术效果是本领域技术人员所预料不到的。同时结合对比例2可知,当改变模拟月壤CLRS-2与炭黑的物料比例以及还原反应的温度和时间条件后,仍然无法避免炭黑粉末的残留问题。

[0091] 结合实施例1、对比例3~4可知,当还原反应的温度低于模拟月壤CLRS-2的熔融温度时,即使是以石墨片作为还原剂,在制备的模拟月壤中也未检测到单质铁,并且还存在着石墨残留的问题,而当还原反应的温度高于模拟月壤CLRS-2的熔融温度但低于本发明限定的温度范围时,虽然拟月壤CLRS-2在熔融状态下与石墨片反应形成了金属铁粒子,但金属铁粒子的尺寸差异很大,最大的金属铁粒子的粒径达到了数微米。说明以石墨片作为还原剂,在原料配比合适的基础上,当还原反应的温度控制得当时才能制备得到含单质铁以及单质铁尺度在纳米-亚微米级的模拟月壤。

[0092] 结合实施例1、对比例4~6可知,以石墨片作为还原剂时,在原料配比合适的基础上,当还原反应的温度和时间控制得当时才能在模拟月壤中形成粒径尺度不超过300nm的纳米-亚微米级纳米铁颗粒。

[0093] 实施例2

[0094] 本实施例中,提供模拟月壤中纳米-亚微米级单质铁的制备方法,步骤如下:

[0095] (1) 将38.9g模拟月壤CLRS-2装入氧化铝坩埚中,然后向氧化铝坩埚中插入1.46g石墨片。

[0096] (2) 将装有模拟月壤CLRS-2和石墨片的氧化铝坩埚置于高温气氛炉中,对高温气氛炉抽真空以充分排除高温气氛炉腔体内的空气,然后向高温气氛炉中通入高纯氩气,以保证坩埚内的物料在反应过程中处于氩气保护气氛中,避免形成的还原产物被空气氧化。

[0097] (3) 打开高温气氛炉加热开关,以10°C/min的升温速率将高温气氛炉加热至1600°C,并在1550°C保温3.5h,保温过程中,模拟月壤CLRS-2处于完全熔融状态与石墨片反应。

[0098] (4) 步骤(3)保温结束后,立即取出氧化铝坩埚,并将其中的反应产物倒入温度为室温的水中进行淬火处理,待样品冷却后,即得含纳米-亚微米级单质铁的模拟月壤。



图1

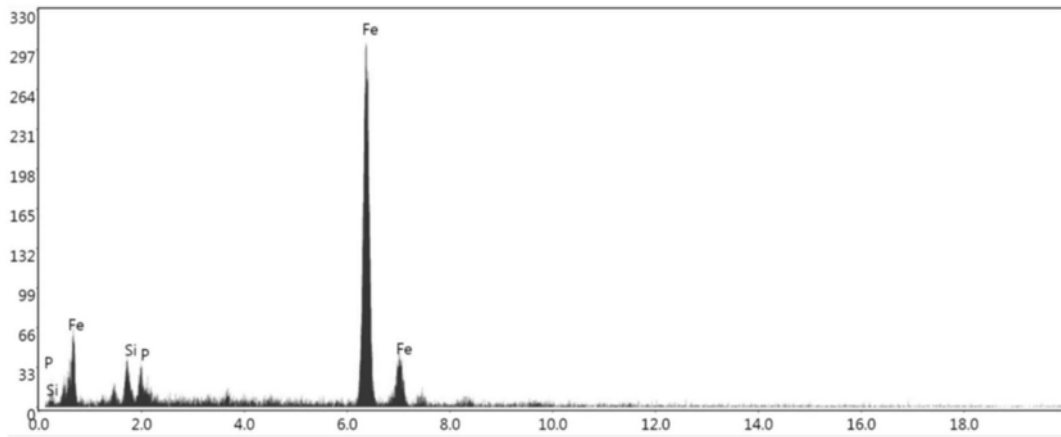


图2

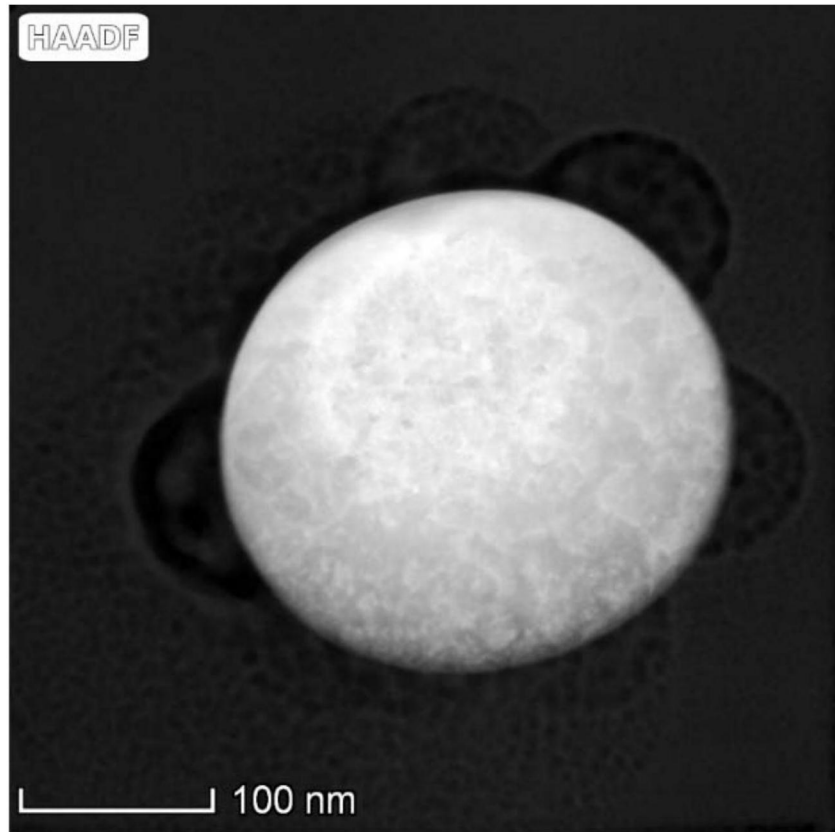


图3

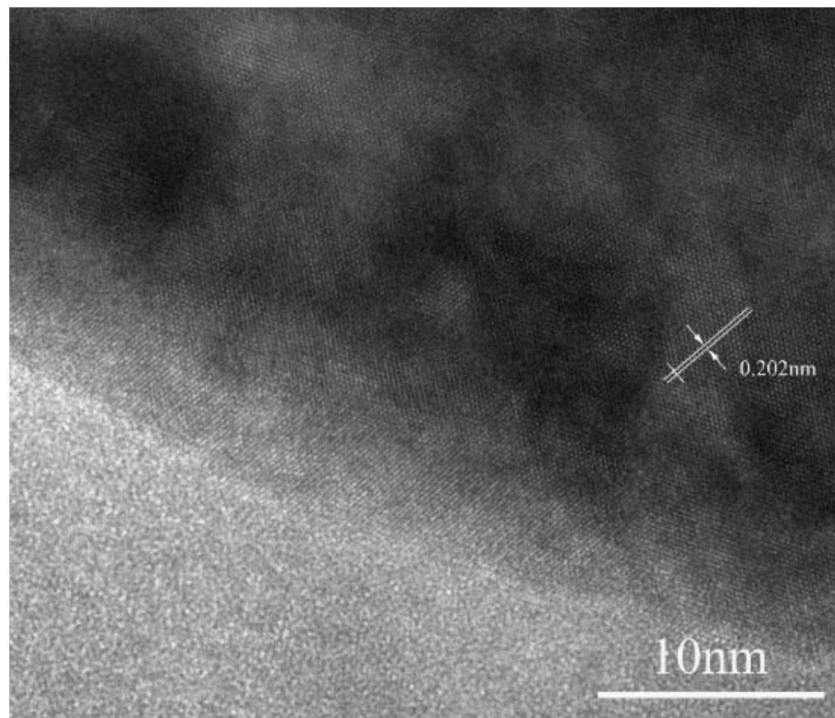


图4

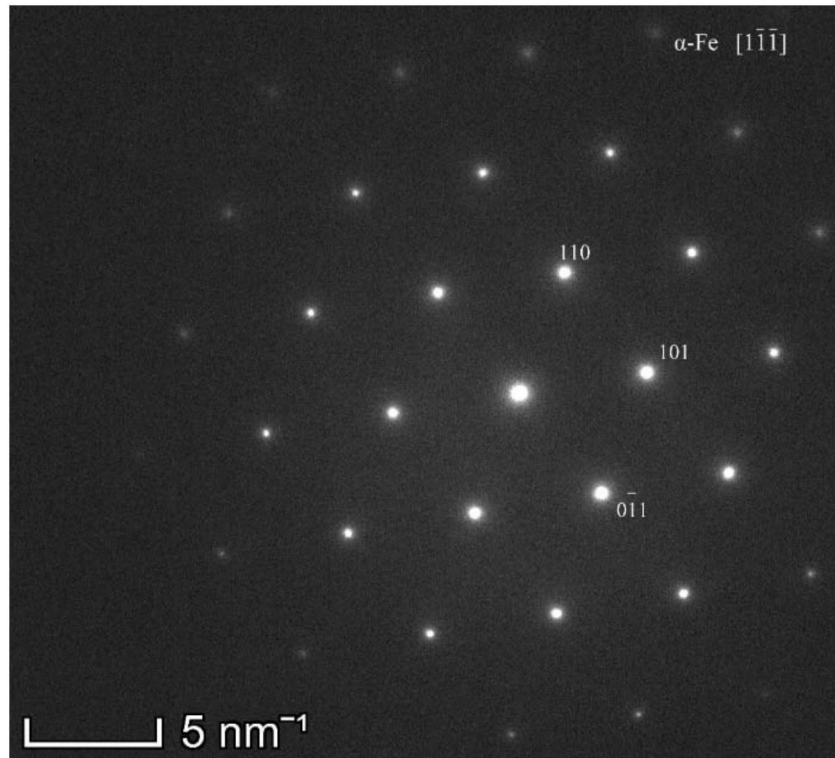


图5

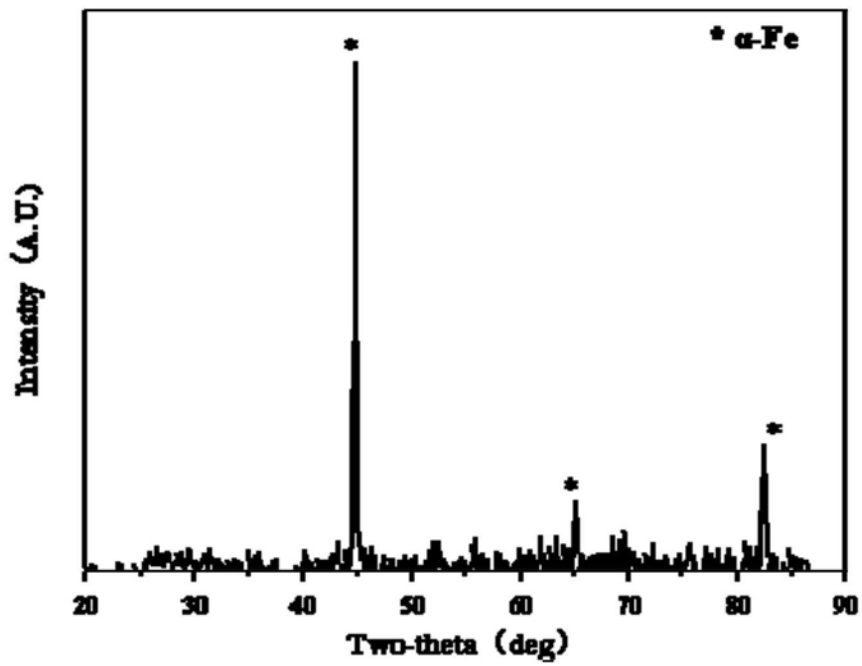


图6

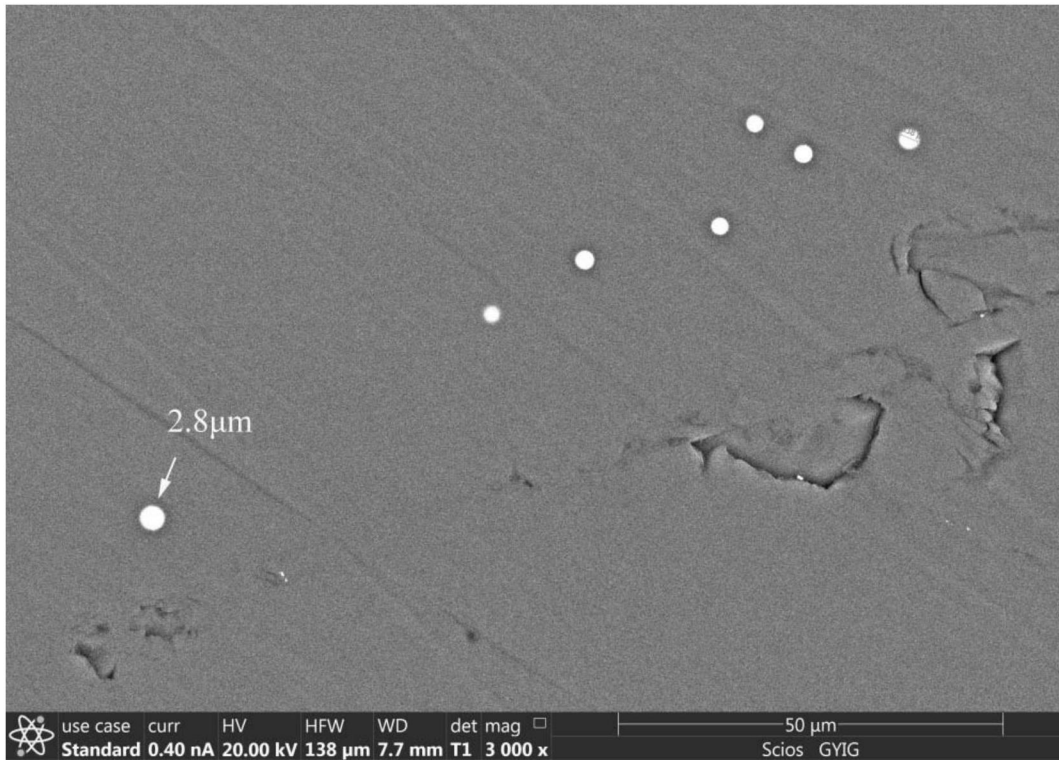


图7

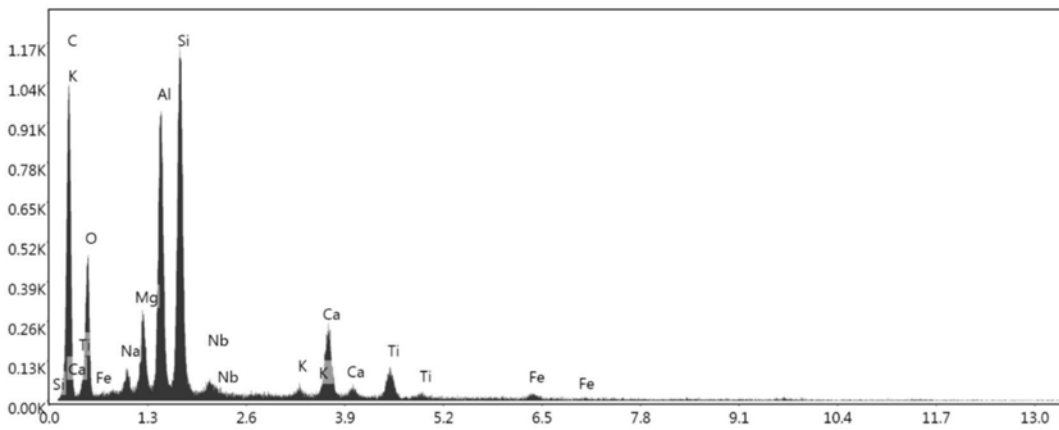


图8

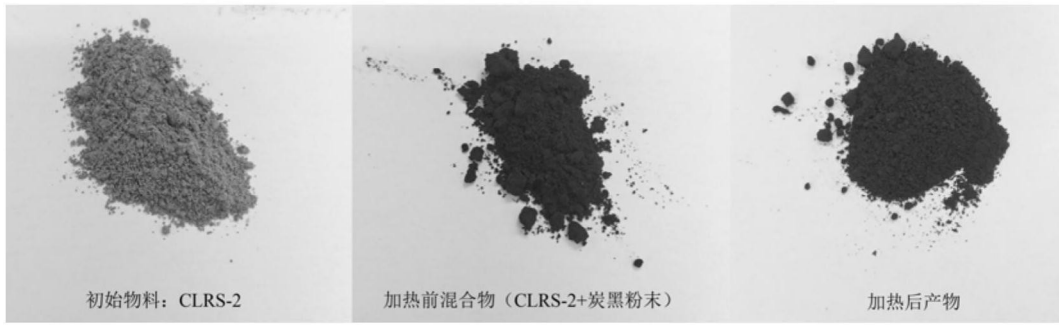


图9

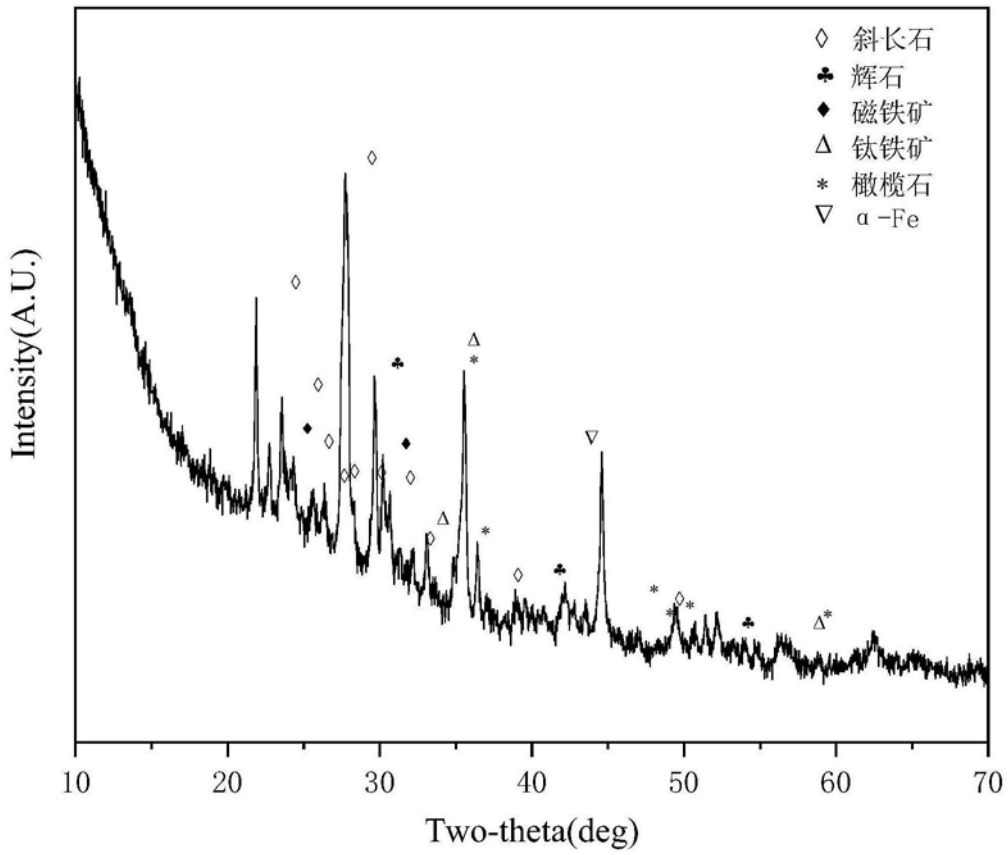


图10

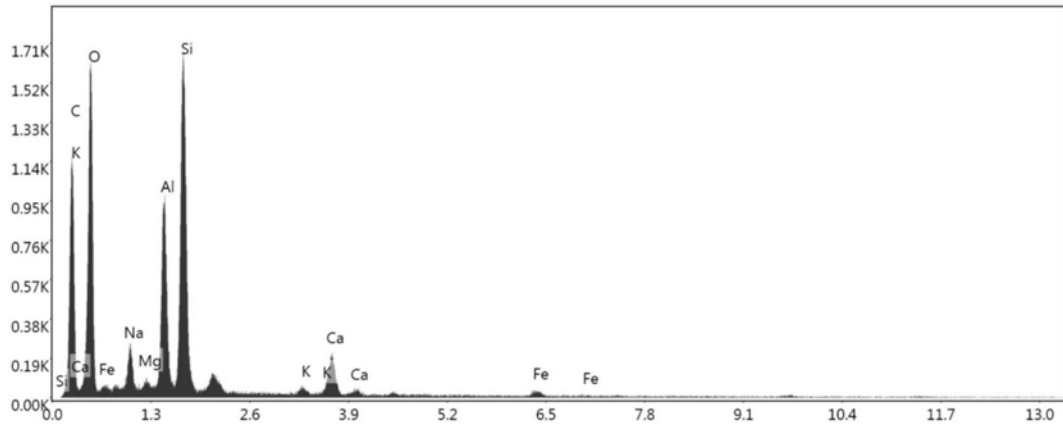


图11

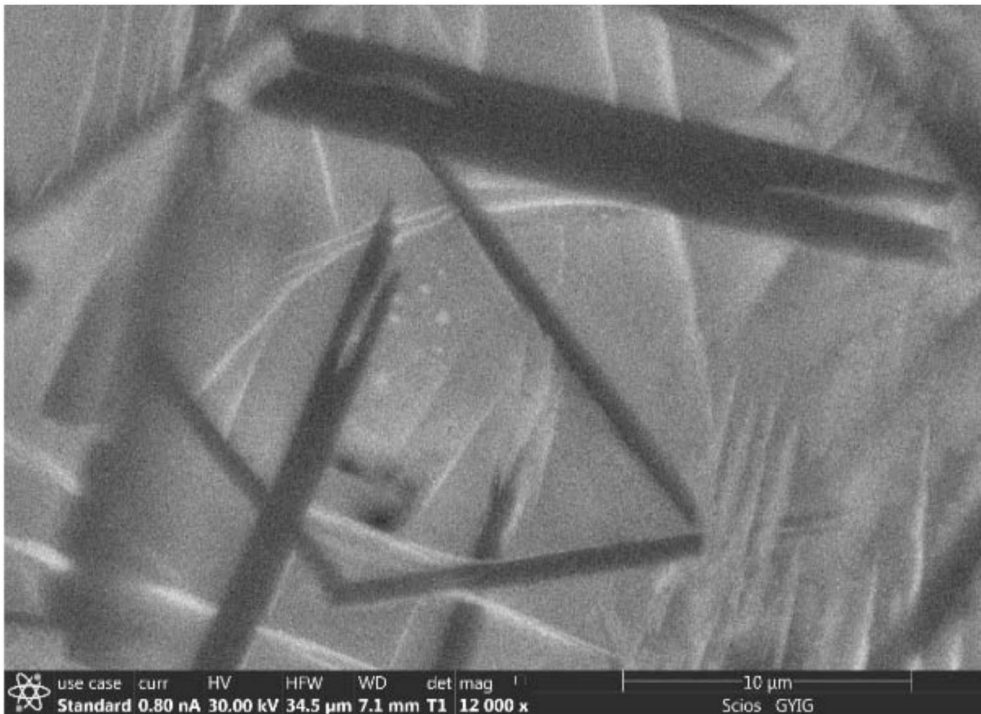


图12



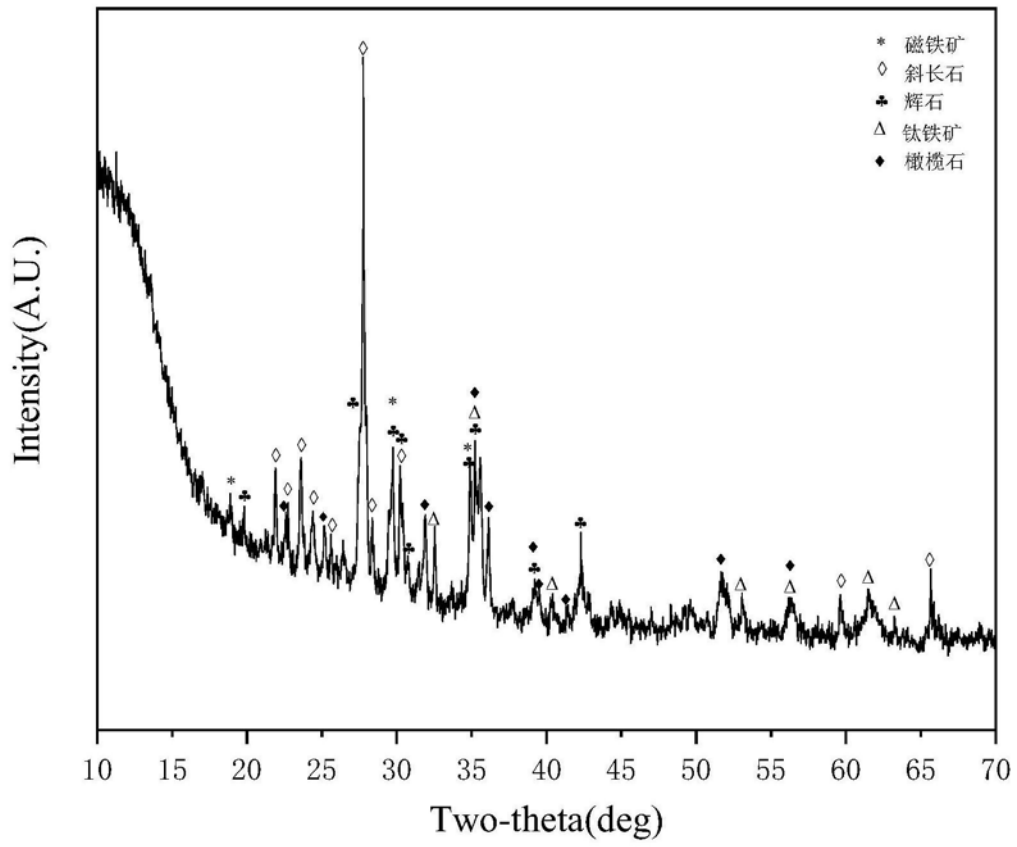


图13

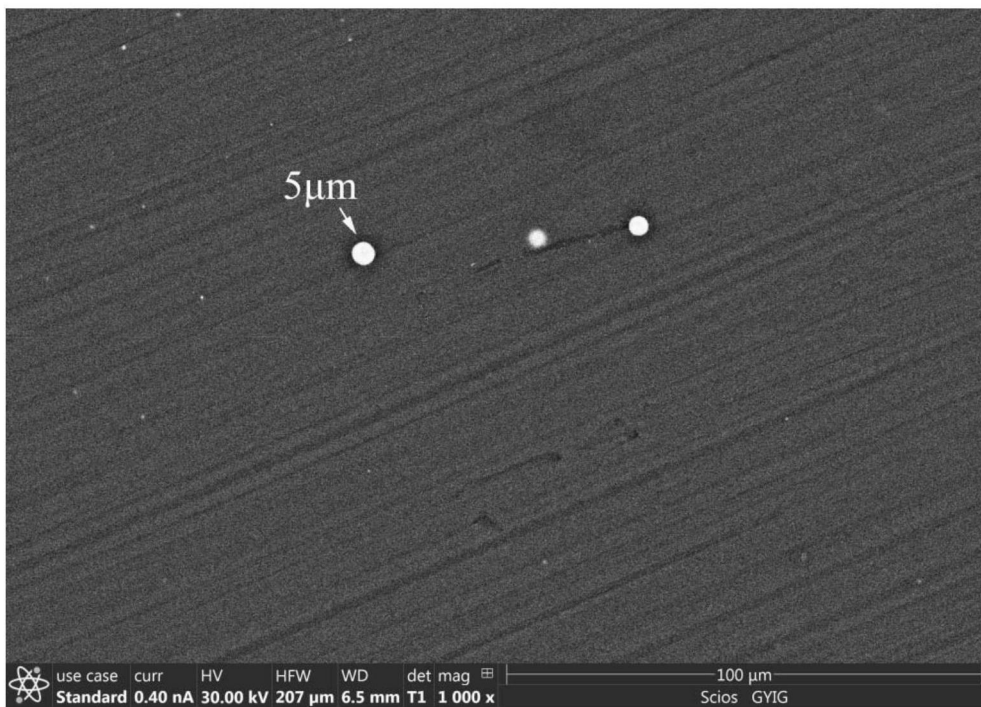


图14

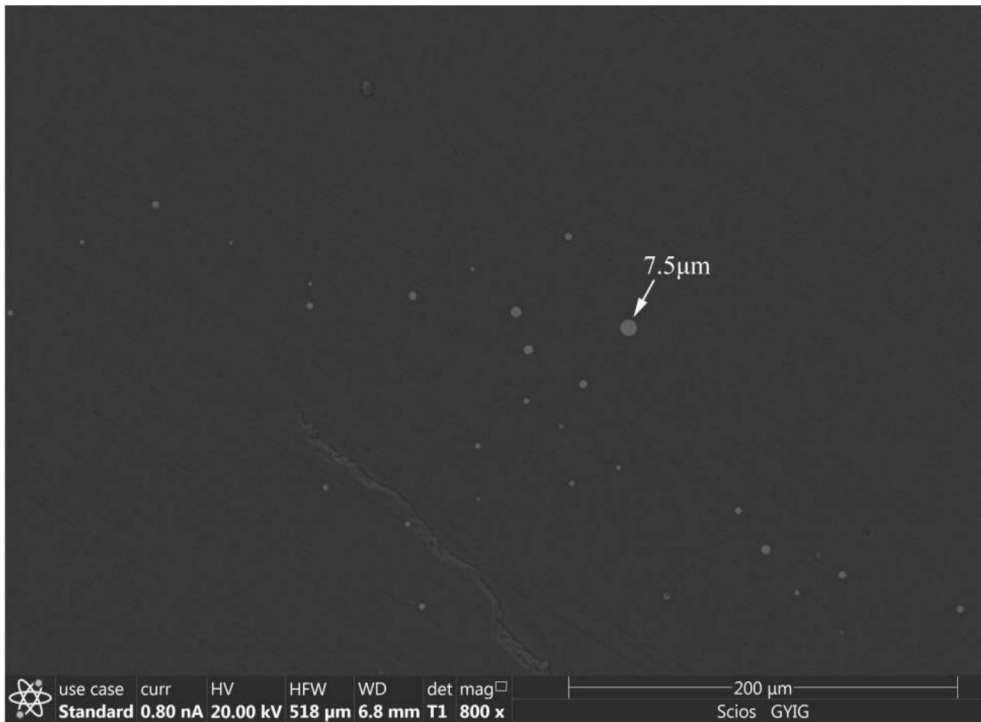


图15

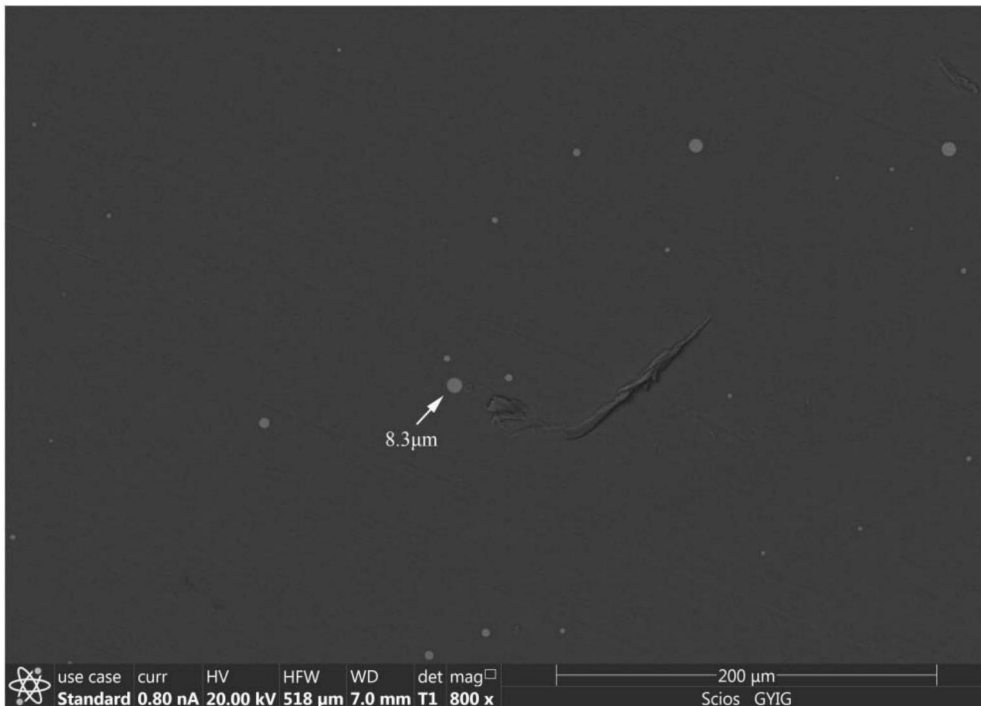


图16