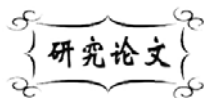


中图分类号: TB321
文献标识码: A

文献编号: 1005-1198 (2016) 01-0034-07
DOI: 10.16253/j.cnki.37-1226/tq.2016.01.004



氯化 Ti_3AlC_2 陶瓷制备碳化物衍生碳的结构表征

冯世豪, 贾进, 刘江, 陶玉帆, 常青波, 朱元元, 周爱国

河南理工大学 材料科学与工程学院, 河南 焦作 454000

摘要: 以三元碳化物陶瓷 Ti_3AlC_2 为原料, 在 $500^\circ C \sim 1000^\circ C$ 温度范围内氯化制备具有纳米孔结构的碳化物衍生碳 (Ti_3AlC_2 -CDC)。高温氯化制备得到的 Ti_3AlC_2 -CDC 由无定形碳和石墨组成。氯化温度越高, 石墨化程度越明显, 石墨有序度越高。 Ti_3AlC_2 -CDC 的结构与前驱体 Ti_3AlC_2 的层状结构保持一致。但随着温度升高, Ti_3AlC_2 -CDC 会逐渐裂解为单片层或多片层。采用 N_2 吸附技术研究了 $700^\circ C$ 、 $800^\circ C$ 和 $1000^\circ C$ 下制备的 Ti_3AlC_2 -CDC 的孔隙结构特征, 通过分析试样的吸附等温线特征和孔径分布探讨了温度对 CDC 孔结构的影响。

关键词: 纳米多孔材料; 碳化物衍生碳; Ti_3AlC_2 ; 氯化

碳化物衍生碳 (Carbide-Derived Carbon, CDC) 是以碳化物为前驱体, 通过去除晶格中的非碳原子, 剩下骨架碳结构, 从而得到的一种新型碳材料^[1]。CDC 通常可以通过使用高温氯气选择性刻蚀金属元素而得到。CDC 具有高的比表面积、可调的孔径分布与可控的微观结构等特点, 因此在许多领域都有重要的应用价值, 如氢气储存^[2]、甲烷储存^[3]、气体分离^[4]、海水淡化和水净化^[5]、润滑摩擦涂层^[6]、催化剂载体^[7]、锂离子电池电极^[8]以及超级电容器电极材料^[9]等。

近年来, 用于制备 CDC 的碳化物前驱体主要包括二元碳化物、三元碳化物以及聚合物碳前驱体等^[10,11]。用于制备 CDC 的三元碳化物通常是 MAX 相。常见的 MAX 相包括 Ti_3SiC_2 、 Ti_3AlC_2 、 Ti_2AlC 等, 这类三元碳化物化学通式为 $M_{(n+1)}AX_{(n)}$ 。其中, M 代表过渡金属元素, 如 Sc、Ti、V、Cr 等; A 代表主族元素, 如 Al、Si、P、S、Ga 等; X 代表碳或氮元素; $n = 1, 2$ 或 3 。根据 n 值的不同, MAX 相可分为 211 相、312 相和 413 相等^[12,13]。

2003 年, Gogotsi 团队^[14,15]通过高温氯化 Ti_3SiC_2 制备出了 Ti_3SiC_2 -CDC。这种 CDC 具有较大孔径和更为精确调节的孔径, 且孔径分布与沸石相当。更为有意义的是, 他们也证实了 Ti_3SiC_2 -CDC

收稿日期: 2015-08-02

收到修改稿日期: 2016-02-03

基金项目: 国家自然科学基金 (51472075); 河南省科技创新人才计划 (134100510008); 河南省高校青年骨干教师资助计划 (2012GGJS-054); 河南理工大学创新型科研团队项目 (T2013-4)。

第一作者: 冯世豪 (1995 -), 男, 河南开封人, 本科生。E-mail: hpufsh@163.com。

通讯作者: 周爱国 (1975 -), 男, 河南息县人, 博士, 副教授。E-mail: zhouag@hpu.edu.cn。

的孔径分布可以通过控制温度进行调节。

Ti₂AlC 是另一种 MAX 相。与 Ti₃SiC₂ 相比, 这种碳化物的晶胞具有更小的 *a/c* 比^[12]。以 Ti₂AlC 为前驱体制备的 CDC 具有更低理论碳密度 (0.37 g/cm³)。Hoffman 等^[16]对其进行了研究, 结果表明: 氯化温度小于 600°C 时, Ti₂AlC-CDC 的吸附等温线属于典型的 I 型等温线且孔径分布为微孔; 氯化温度较高时, 吸附等温线属于 IV 型等温线。此外, Hoffman 等^[17]还系统研究了三元碳化物 Ti₃SiC₂、Ti₃AlC₂、Ti₂AlC、Ti₂AlC_{0.5}N_{0.5}、Ta₂AlC 等为前驱体的 CDC 制备过程, 并分别表征了所得到的 CDC 的结构特征。

一般情况下, 高温氯气刻蚀 MAX 相可以移除所有非碳元素而得到多孔碳材料。然而, Naguib 等人^[18]于 2011 年发现在用氢氟酸 (HF) 刻蚀 Ti₃AlC₂ 时, 可以选择性地刻蚀掉其中的 Al 元素而得到二维 Ti₃C₂ 结构。随后的研究进一步发现, 大多数以 Al 为 A 元素的 MAX 相均可借助于氢氟酸选择性移除 Al 元素而得到二维结构。此外, Sun 等人^[19]研究了在 700°C 高温下用氢氧化钾 (KOH) 刻蚀 Ti₃AlC₂ 的情况, 发现刻蚀的主要产物是无定形碳以及钛酸钾。因此, 采用不同物质刻蚀 Ti₃AlC₂ 将会得到完全不同的产物。

为了更深入地认识 Ti₃AlC₂ 陶瓷的刻蚀过程, 本文将采用高温氯气对 Ti₃AlC₂ 进行刻蚀。通过调节高温氯化条件, 获得具有不同物相的产物, 进而分析产物的微观结构, 以期进一步了解氯化温度对刻蚀产物的物相组成、微观结构及孔径分布的影响。

1 实 验

1.1 材料制备

制备 Ti₃AlC₂ 的原料包括: 天津云海钛业有限公司的氢化钛粉 (TiH₂, 纯度 ≥ 99%)、中国医药上海化学试剂有限公司的铝粉 (Al, 纯度 ≥ 99%)、河南华翔碳粉科技有限公司的石墨粉 (C, 纯度 ≥ 99%)。将上述三种原料按照摩尔比 TiH₂ : Al : C = 3 : 1.2 : 2 均匀混合后, 置于管式炉中在流动氩气氛下 1400°C 保温 2 h 即可制得 Ti₃AlC₂ 陶瓷。详细的合成工艺与参数参见文献 [20,21]。

将制得的 Ti₃AlC₂ 研磨并过 200 目筛, 然后将 Ti₃AlC₂ 粉末均匀平摊在石墨纸上, 再放置到管式炉内有效加热区域。加热前, 以 100 ml/min 的流量先通 30 min 氩气 (99.999%); 然后, 将氩气流量调整为 10 ml/min ~ 20 ml/min 开始升温直至所需温度。待温度稳定后, 以 10 ml/min ~ 15 ml/min 流量通入自制氯气进行高温氯化刻蚀, 刻蚀时间为 3 h。反应结束后, 关闭氯气并停止加热, 同时以 100 ml/min 流量通入氩气 30 min, 然后将氩气流量调整为 10 ml/min ~ 20 ml/min 直到管式炉冷却至室温, 以保证残留的氯化物和氯气在降温过程中被排出。

从通入氯气开始到管式炉冷却至室温止, 管式炉中产生的尾气排入足量 NaOH 溶液中以吸收尾气中所携带的氯化物等有害物质。为了避免 NaOH 溶液倒吸回流和增大接触面, 排气管尾部连接倒置漏斗^[22, 23]。

1.2 性能表征

本研究采用德国 Bruker AXS 有限公司的 D8 ADVANCE 型 X 射线衍射仪 (XRD) 对样品进行物相分析; 采用英国 Renishaw 公司的 INVIA 型激光显微共焦拉曼光谱仪 (RS) 分析样品的特性与结构; 采用日本电子株式会社的 JSM-6390LV 型扫描电子显微镜 (SEM) 观察试样的微观结构并进行形貌分析; 采用日本电子株式会社 JEM-2100 型透射电子显微镜 (TEM) 对样品微观结构进行观察分析, 加速电压为 200 KV。

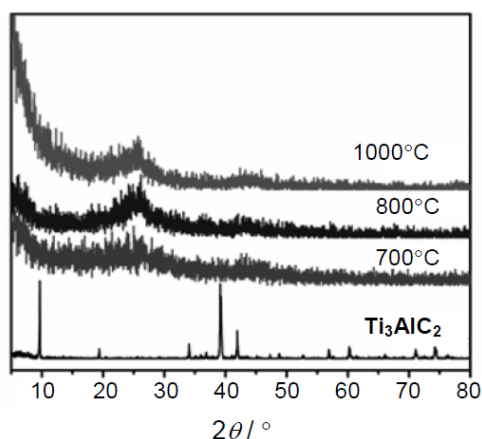


图 1 不同温度下高温氯化刻蚀所得 Ti_3AlC_2 -CDC 试样与 Ti_3AlC_2 初始试样的 XRD 图谱

Figure 1 Comparison of the XRD patterns of Ti_3AlC_2 -CDC samples prepared at various temperatures with the original Ti_3AlC_2 sample

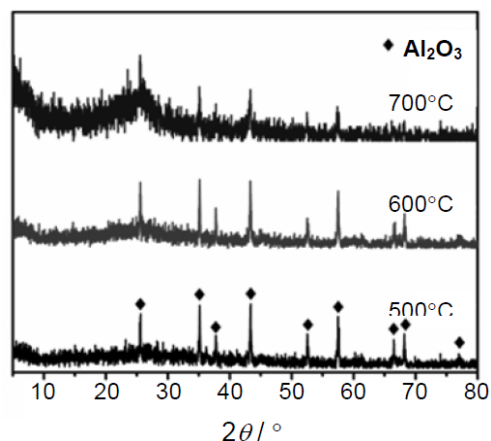


图 2 在气密性不好的情况下高温氯化 Ti_3AlC_2 所得 Ti_3AlC_2 -CDC 试样的 XRD 图谱

Fig. 2 XRD patterns of the Ti_3AlC_2 -CDC samples prepared with bad air tightness

样品的比表面积和孔结构采用美国 Quantachrome 仪器公司生产的 Autosorb-iQ-MP 型全自动气体吸附仪测定。以高纯氮气为吸附介质, 采用容量法在 77 K 下测定试样的吸附-脱附等温线, 根据等温线利用 Brunauer-Emmett-Teller (BET) 理论计算样品的比表面积, 根据 t-plot 理论计算微孔的比表面积和孔容, 根据 Non-Local Density Functional Theory (NLDFT) 理论计算孔径分布。

2 结果与讨论

2.1 XRD 图谱分析

图 1 为不同温度下氯化刻蚀得到的 Ti_3AlC_2 -CDC 的 X 射线衍射图。由图可以看出, 各条曲线在 $2\theta \approx 26^\circ$ 和 $2\theta \approx 43^\circ$ 处均存在有石墨 (002) 衍射峰和 (101) 衍射峰, 且这两个衍射峰的强度随着合成温度的升高而增强, 这表明 Ti_3AlC_2 -CDC 中存在有完整有序的石墨层面结构, 且其含量随着合成温度的升高而增加。一般说来, $2\theta = 26^\circ$ 处存在尖锐石墨 (002) 衍射峰表明存在有间距为 0.335 nm 的石墨层间结构; 但是, 在大约 $2\theta = 22^\circ$ 处存在的宽峰似乎说明石墨层间距的不均一性。随着温度的升高以及 $2\theta = 26^\circ$ 处衍射峰的增强, $2\theta = 22^\circ$ 处宽峰逐渐尖锐, 表明石墨层间结构的增加, 石墨 (002) 层间距逐渐趋于一致, 完整石墨含量增加, 石墨化程度增强, CDC 结构逐渐趋于有序。

图 2 为氯化装置气密性不好的情况下不同温度合成的 Ti_3AlC_2 -CDC 的 X 射线衍射图。可以看出, 虽然气密性不好的情况下依然可以刻蚀 Ti_3AlC_2 生成 CDC, 但是图 2 中各条曲线都存在有很强的 Al_2O_3 衍射峰, 即装置气密性不好的条件下产物中会有杂质 Al_2O_3 生成。这说明在 Ti_3AlC_2 结构中, 与 Ti 元素相比, Al 元素对气密性要求更加苛刻。这是因为 Al 元素对氧极其敏感, 高温下极易与其反应生成 Al_2O_3 。此外, 高温氯化 Ti_3AlC_2 生成的氯化铝极易吸收水分并部分水解放出氯化氢和氢氧化铝, 后者在高温下将转化为 Al_2O_3 。

由此得知, 装置气密性好坏对高温氯化移除 Ti_3AlC_2 中的铝元素以及最终产物的纯度有着极其重要的影响。因此, 为了保证产物纯度, 对 Ti_3AlC_2 进行高温氯化刻蚀处理时需保证装置气密性良好及氯化环境干燥。

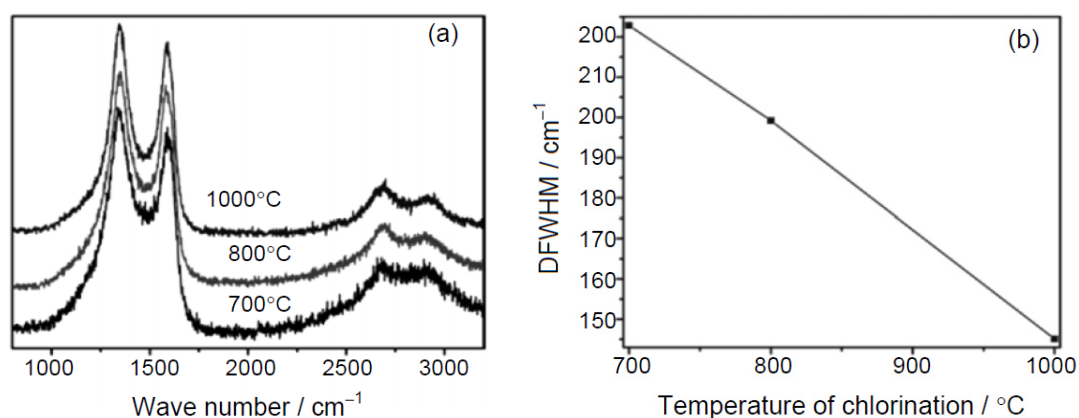


图 3 $\text{Ti}_3\text{AlC}_2\text{-CDC}$ 的拉曼光谱分析: (a) 在不同温度下高温氯气刻蚀 Ti_3AlC_2 所得试样的拉曼图谱; (b) D 峰半高宽

Fig. 3 Raman analysis of $\text{Ti}_3\text{AlC}_2\text{-CDC}$: (a) Raman spectra of CDC prepared at various temperatures; (b) full width at half maximum of D band

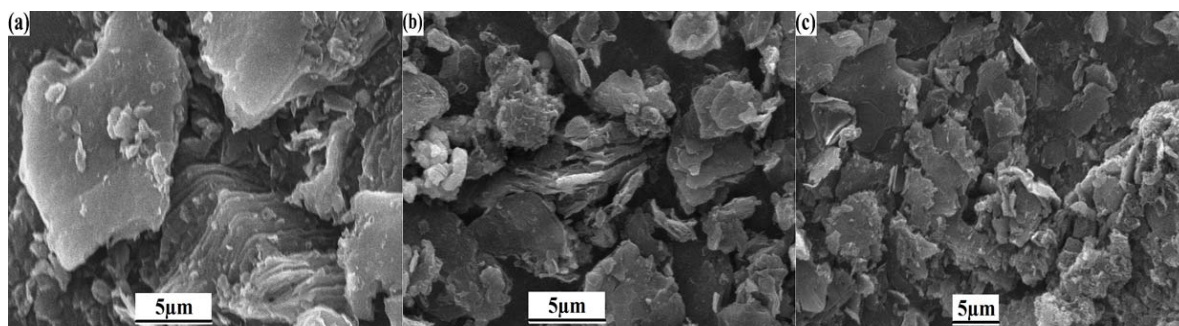


图 4 高温氯化 Ti_3AlC_2 制备的 CDC 扫描电镜图片: (a) 700°C; (b) 800°C; (c) 1000°C

Fig. 4 SEM images of $\text{Ti}_3\text{AlC}_2\text{-CDC}$ prepared at different temperatures: (a) 700°C; (b) 800°C; (c) 1000°C

2.2 拉曼光谱分析

XRD 分析指出, Ti_3AlC_2 的氯化产物除了少量石墨外主要是非晶态的物质。根据前期的研究, 这些非晶态的物质应该主要是无定形碳^[17]。为了实验确定这部分物质的组成, 需要对样品进行拉曼光谱分析。

对于完全有序的石墨, 它的拉曼光谱图只有一个峰值 ($\sim 1579 \text{ cm}^{-1}$); 这个峰称为 G 峰, 来源于石墨中碳环或者长链的所有 sp^2 原子对的拉伸运动。无定形碳的拉曼图谱中的特征峰 (称为 D 峰) 则位于 $\sim 1349 \text{ cm}^{-1}$, 这个峰来源于碳原子的缺陷和无序诱导。一般碳材料的拉曼光谱都同时具有这两个特征峰。^[24]

图 3 (a) 为不同温度下制成的 $\text{Ti}_3\text{AlC}_2\text{-CDC}$ 的拉曼光谱图。可以看出, 随着合成温度的升高, D 峰 ($\sim 1350 \text{ cm}^{-1}$) 和 G 峰 ($\sim 1620 \text{ cm}^{-1}$) 逐渐尖锐, 这表明随着合成温度的升高, $\text{Ti}_3\text{AlC}_2\text{-CDC}$ 中的碳含量在逐渐增加。图 3 (b) 给出的是 D 峰半高宽随氯化刻蚀温度的变化关系。由图可以明显看出, D 峰半高宽随着氯化刻蚀温度的升高而逐渐减小, 说明随着温度的升高, $\text{Ti}_3\text{AlC}_2\text{-CDC}$ 结构有序度逐渐提高, 即石墨化程度逐渐提高。

2.3 扫描和透射电子显微镜分析

图 4 是高温氯化 Ti_3AlC_2 制备的 CDC 扫描电镜照片。显然, 高温氯化刻蚀后得到的 CDC 样品

均呈层状。从图 4 (a) 可以看到颗粒内层与层之间出现了明显的间隙; 而在图 4 (b) 和 (c) 中则看到 Ti_3AlC_2 在氯气刻蚀后出现了片层从颗粒上脱落的情况。所以, 高温氯化过程保留了 Ti_3AlC_2 晶粒的层状结构, 也导致了层状结构转变为片状结构以及间隙的形成。

透射电子显微镜 (TEM) 可以更直观地观测所制备的 Ti_3AlC_2 -CDC 的微观结构。图 5 为不同温度合成的 Ti_3AlC_2 -CDC 的 TEM 图片。从图 5 (a) 可以看出, Ti_3AlC_2 -CDC 有类似于石墨烯的二维结构, 但是此时二维片层结构有明显的孔洞存在, 说明 700°C 氯化时, Ti_3AlC_2 -CDC 中不仅有无定形碳和石墨, 也有不完美的石墨单层或多层结构形成。当温度升高到 800°C 时, 无序碳中石墨多层或单层结构更加明显, 见图 5 (b)。制备温度为 1000°C 时, Ti_3AlC_2 -CDC 则主要呈现为杂乱弯曲折叠的片层结构。

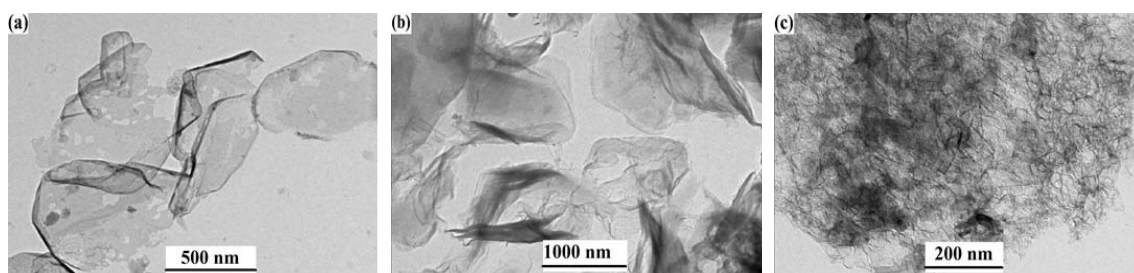


图 5 不同温度制备的 Ti_3AlC_2 -CDC 透射电镜图片: (a) 700°C ; (b) 800°C ; (c) 1000°C

Fig. 5 TEM images of Ti_3AlC_2 -CDC prepared at different temperatures: (a) 700°C ; (b) 800°C ; (c) 1000°C

2.4 孔结构分析

图 6 为不同温度合成的 Ti_3AlC_2 -CDC 氮气吸附-脱附等温曲线图。由图可看出, Ti_3AlC_2 -CDC 在相对压强较小时有吸附发生, 表明其中存在有微孔 (孔径 $< 2\text{ nm}$); 随着相对压强升高, 吸附等温线在相对压力 $P/P_0 = 0.4$ 左右均出现明显的脱附滞后环, 表明其具有较宽的孔径分布, 有介孔 ($2\text{ nm} < \text{孔径} < 50\text{ nm}$) 存在并占较高比例。随着氯化活化温度从 700°C 升高到 1000°C , 吸附平台随之抬高, 脱附滞后环越来越明显, 说明在此温度区间内活化反应比较剧烈, Ti_3AlC_2 -CDC 内部的孔隙数目急剧增多, 介孔比例提高。随着合成温度升高, 等温线尾部急剧增大, 表明随着合成温度的升高, 材料中有部分大孔存在 (孔径 $> 50\text{ nm}$)。

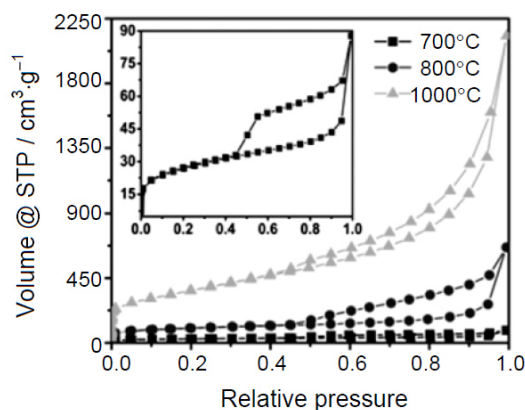


图 6 不同温度下制备的 Ti_3AlC_2 -CDC 氮吸附-脱附等温线

Fig. 6 N_2 adsorption isotherms for Ti_3AlC_2 -CDC prepared at different temperatures

3 结 论

(1) 以 Ti_3AlC_2 为原料, 采用高温氯气刻蚀在 700°C 、 800°C 及 1000°C 下成功制备 Ti_3AlC_2 -CDC。随着反应温度的升高, Ti_3AlC_2 -CDC 逐渐由无定形碳向石墨结构转化, 有序度逐渐升高, 石墨化程度增大。

(2) $\text{Ti}_3\text{AlC}_2\text{-CDC}$ 的颗粒尺寸与原料 Ti_3AlC_2 的颗粒尺寸保持一致, 但随着温度升高, 颗粒会逐渐裂解为单片层或多片层。

(3) $\text{Ti}_3\text{AlC}_2\text{-CDC}$ 的孔径分布均相对较宽, 主要以介孔为主。低温合成的材料中含有一定的微孔, 高温合成的材料中含有一定的大孔。随着合成温度的提高, 平均孔径逐渐提高。

此外, 本研究还发现: 装置气密性对 $\text{Ti}_3\text{AlC}_2\text{-CDC}$ 的纯度具有重要影响, 高温氯化刻蚀时应保证装置气密性良好及氯化环境干燥。

参考文献

- [1] PRESSER V, HEON M, GOGOTSI Y. Carbide-derived carbons: from porous networks to nanotubes and graphene [J]. *Advanced Functional Materials*, 2011, 21 (5): 810–833.
- [2] VAKIFAHMERTGLU C, PRESSER V, YEON S, et al. Enhanced hydrogen and methane gas storage of silicon oxycarbide derived carbon [J]. *Microporous and Mesoporous Materials*, 2011, 144 (1–3): 105–112.
- [3] OSCHATZ M, BORCHARDT L, SENKOVSKA I, et al. Carbon dioxide activated carbide-derived carbon monoliths as high performance adsorbents [J]. *Carbon*, 2013, 56: 139–145.
- [4] SILVESTRE-ALBERO A, RICO-FRANCES S, RODRIGUEZ-REINOSO F, et al. High selectivity of TiC-CDC for CO_2/N_2 separation [J]. *Carbon*, 2013, 59: 221–228.
- [5] PORADA S, WEINSTEIN L, DASH R, et al. Water desalination using capacitive deionization with microporous carbon electrodes [J]. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2012, 4 (3): 1194–1199.
- [6] LIU F, GUO H, MA W, et al. Low friction carbide-derived carbon coating on SiC in vacuum achieved by microstructure formulation and solid-liquid lubrication [J]. *Tribology Letters*, 2014, 54 (2): 183–190.
- [7] SHILAPURAM V, OZALP N, OSCHATZ M, et al. Hydrogen production from catalytic decomposition of methane over ordered mesoporous carbons (CMK-3) and carbide-derived carbon (DUT-19) [J]. *Carbon*, 2014, 67: 377–389.
- [8] YEON S, JUNG K, YOON S, et al. Electrochemical performance of carbide-derived carbon anodes for lithium-ion batteries [J]. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 2013, 74 (7): 1045–1055.
- [9] FISET E, BAE J, RUFFORD TE, et al. Effects of structural properties of silicon carbide-derived carbons on their electrochemical double-layer capacitance in aqueous and organic electrolytes [J]. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 2014, 18 (3): 703–711.
- [10] HOFFMAN EN, YUSHIN G, EI-RAGHY T, et al. Micro and mesoporosity of carbon derived from ternary and binary metal carbides [J]. *Microporous and Mesoporous Materials*, 2008, 112 (1–3): 526–532.
- [11] COLOMBO P, MERA G, RIEDEL R, et al. Polymer-derived ceramics: 40 years of research and innovation in advanced ceramics [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2010, 93 (7): 1805–1837.
- [12] BARSOUM M. The $\text{M}_{N+1}\text{AX}_N$ phases: a new class of solids thermodynamically stable nanolaminates [J]. *Progress in Solid State Chemistry*, 2000, 28 (1–4): 201–281.
- [13] BARSOUM MW, RADOVIC M. Elastic and mechanical properties of the MAX phases [J]. *Annual review of materials research*, 2011, 41: 195–227.
- [14] YUSHIN GN, HOFFMAN EN, NIKITIN A, et al. Synthesis of nanoporous carbide-derived carbon by chlorination of titanium silicon carbide [J]. *Carbon*, 2005, 43 (10): 2075–2082.
- [15] GOGOTSI Y, NIKITIN A, YE HH, et al. Nanoporous carbide-derived carbon with tunable pore size [J]. *Nature Materials*, 2003, 2 (9): 591–594.
- [16] HOFFMAN EN, YUSHIN G, BARSOUM MW, et al. Synthesis of carbide-derived carbon by chlorination of Ti_2AlC [J]. *Chemistry of Materials*, 2005, 17 (9): 2317–2322.
- [17] HOFFMAN EN, YUSHIN G, EI-RAGHY T, et al. Micro and mesoporosity of carbon derived from ternary and binary metal carbides [J]. *Microporous and Mesoporous Materials*, 2008, 112 (1–3): 526–532.
- [18] NAGUIB M, KURTOGLU M, PRESSER V, et al. Two-dimensional nanocrystals produced by exfoliation of Ti_3AlC_2 [J]. *Advanced Materials*, 2011, 23 (37): 4248–4253.

- [19] SUN D, ZHOU A, LI Z, et al. Corrosion behavior of Ti_3AlC_2 in molten KOH at 700°C [J]. *Journal of Advanced Ceramics*, 2013, 2 (4): 313–317.
- [20] 李良, 周爱国, 李正阳, 等. TiH_2 做 Ti 源合成 $\text{Ti}_2\text{AlC}/\text{Ti}_3\text{AlC}_2$ 及热分析[J]. *硅酸盐通报*, 2013, (1): 132–137.
- [21] LI L, ZHOU A, XU L, et al. Synthesis of high pure Ti_3AlC_2 and Ti_2AlC powders from TiH_2 powders as Ti source by tube furnace [J]. *Journal of Wuhan University of Technology – Materials Science Edition*, 2013, 28 (5): 882–887.
- [22] JIA J, ZHU YY, ZHANG YF, et al. Synthesis and analysis of carbide-derived carbon from TiC by chlorination [J]. *Key Engineering Materials*, 2014, 602: 463–466.
- [23] 贾进, 杨晓阳, 闫艳, 等. 碳化物衍生碳的制备及其在气体存储与超级电容器领域的应用研究进展[J]. *化工进展*, 2014, 33 (10): 2681–2686.
- [24] FERRARI AC, ROBERTSON. 碳材料的拉曼光谱: 从碳纳米管到金刚石 [M]. 谭平恒, 李峰, 成会明, 译. 北京: 化学工业出版社, 2007.

※ ※

Analysis and Characterization of Carbide-Derived Carbon from Ti_3AlC_2

FENG Shi-Hao, JIA Jin, LIU Jiang, TAO Yu-Fan, CHANG Qing-Bo,
ZHU Yuan-Yuan, ZHOU Ai-Guo

School of Materials Science and Engineering, Henan Polytechnic University, Jiaozuo 454000, China

Abstract: In this paper, carbide-derived carbon (CDC) was successfully synthesized from Ti_3AlC_2 precursor by chlorination with freshly prepared Cl_2 at temperatures between 500°C and 1000°C in a tube furnace. Ti_3AlC_2 -CDC prepared via chlorination at high temperatures consists of amorphous carbon and graphite. There was a obvious trend of graphitization in Ti_3AlC_2 -CDC synthesized at higher temperature and the degree of order of graphitic structures increased with increasing temperature. The results shows that Ti_3AlC_2 -CDC particles retained layer structure of raw Ti_3AlC_2 precursors and particles broke into single layers and/or multilayers. The pore structure characteristics of CDC chlorinated at 700°C , 800°C and 1000°C were examined by using N_2 adsorption technique. Meanwhile, the influence of the air tightness of the chlorinating setup on the synthesis of CDC was also studied.

Key words: Nanoporous material; Carbide-derived carbon; Ti_3AlC_2 ; Chlorination