



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104289727 A

(43) 申请公布日 2015. 01. 21

(21) 申请号 201410565387. 5

(22) 申请日 2014. 10. 22

(71) 申请人 苏州正业昌智能科技有限公司

地址 215001 江苏省苏州市苏州高新区泰山
路 2 号

(72) 发明人 赵兵

(51) Int. Cl.

B22F 9/24 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书2页

(54) 发明名称

一种以改性壳聚糖为还原剂制备纳米银的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种以改性壳聚糖为还原剂制备纳米银的方法,将壳聚糖溶解于 3% 的乙酸溶液,浴比 1:50,超声 1-12h,随后加入 2-10g/L 的高碘酸钠,在 40-80℃ 下避光反应 10-60min,用去离子水反复清洗,离心,烘干备用;然后按照 10:1-1:1 的体积比,将 0.01-100g/L 高碘酸钠改性后的壳聚糖溶液与 0.01-100g/L 的银氨溶液混合,在 20℃ -80℃ 的温度条件下超声 1-10h,得到纳米银胶体溶液,用乙醇和去离子水反复清洗,离心,干燥处理后得到纳米银。本发明采用高碘酸钠改性后的壳聚糖作为还原剂和稳定剂,具备工艺简单、反应温和、绿色环保等优点。

1. 一种以改性壳聚糖为还原剂制备纳米银的方法,其特征在于:

(1) 将壳聚糖溶解于 3% 的乙酸溶液,浴比 1:50,超声 1-12h,随后加入 2-10g/L 的高碘酸钠,在 40-80℃下避光反应 10-60min,用去离子水反复清洗,离心,烘干备用;

(2) 按照一定的体积比,将一定浓度的高碘酸钠改性后的壳聚糖溶液,与一定浓度的银氨溶液混合,在 20℃ -80℃ 的温度条件下超声 1-10h,得到纳米银胶体溶液,用乙醇和去离子水反复清洗,离心,干燥处理后得到纳米银。

2. 根据权利要求 1 所述的一种以改性壳聚糖为还原剂制备纳米银的方法,其特征在于,步骤二所述的体积比为 10:1-1:1。

3. 根据权利要求 1 所述的一种以改性壳聚糖为还原剂制备纳米银的方法,其特征在于,步骤二所述的改性后的壳聚糖溶液的浓度为 0.01-100g/L。

4. 根据权利要求 1 所述的一种以改性壳聚糖为还原剂制备纳米银的方法,其特征在于,步骤二所述的银氨溶液为硝酸盐或硫酸银与氨水形成的络合物。

5. 根据权利要求 1 所述的一种以改性壳聚糖为还原剂制备纳米银的方法,其特征在于,步骤二所述银氨溶液的浓度为 0.01-100g/L。

6. 根据权利要求 1 所述的一种以改性壳聚糖为还原剂制备纳米银的方法,其特征在于,步骤二所述的离心是以 8000-12000r/min 的转速离心 5-20min。

7. 根据权利要求 1 所述的一种以改性壳聚糖为还原剂制备纳米银的方法,其特征在于,步骤二所述的干燥处理是指将干燥箱温度设定在 40℃,真空的环境下干燥 1-24h。

一种以改性壳聚糖为还原剂制备纳米银的方法

技术领域

[0001] 本发明属于纳米材料领域,特别涉及一种以改性壳聚糖为还原剂制备纳米银的方法。

背景技术

[0002] 纳米银具有优良的传热性、导电性、表面活性和催化性能,在光学、催化、微电子、生物传感、抗菌等领域具有巨大的应用价值。传统的纳米银的制备分为物理法和化学法。物理法对仪器设备要求较高,生产费用昂贵。化学法多采用水合肼、甲醛、多元醇、有机胺等做还原剂,虽然这些还原剂具有高活性,但对环境有害,并且制得的纳米银易发生团聚现象。

[0003] 近年来,采用绿色、环保、高效和廉价的方法制备纳米银逐渐成为研究的热点。目前已采用的绿色还原剂主要包括:维生素、柠檬酸钠、焦糖酸、对苯二酚、茶多酚、葡萄糖、果糖、蔗糖、植物及果皮提取物、微生物等。

[0004] 甲壳质是一种天然有机高分子多糖,广泛分布于自然界甲壳纲动物(虾、蟹、昆虫)的甲壳、真菌和植物的细胞壁中。蕴藏量在地球上的天然有机高分子物质中占第二位,仅次于纤维素。壳聚糖是甲壳素脱乙酰基后的产物,是一种线性大分子。中国发明专利 CN201310555491.1 采用纳米丝素蛋白、壳聚糖原位还原硝酸银制备纳米银。中国发明专利 CN201310434034.7 采用壳聚糖($M_r=60000-120000$)作还原剂,少量的柠檬酸钠作稳定剂,制备出粒径在 5nm 以下,单分散性好,且绿色环保的纳米银溶胶。中国发明专利 CN201410049491.9 提供一种制备稳定纳米银的方法,其中使用两亲性的壳聚糖接枝聚己内酯或其衍生物共聚物的胶束作为稳定剂。上述文献大多使用壳聚糖作为稳定剂或者使用改性后的壳聚糖作为还原剂。

[0005] 选择性氧化是指在氧化多糖某个特定位置羟基的同时抑制其它位置羟基的氧化,并可有效地抑制氧化反应过程中多糖的降解。高碘酸钠选择性氧化多糖后,可将 C_2 、 C_3 位置上的羟基氧化成醛基,为多糖的功能性改性提供了反应活性点,可利用活性醛基对多糖进行功能性改性,可生成众多功能性多糖衍生物,大大拓展了多糖的应用范围。目前未见以高碘酸钠选择性氧化壳聚糖为还原剂和稳定剂制备纳米银的报道。

发明内容

[0006] 本发明针对现有技术存在的不足,旨在提供一种以改性壳聚糖为还原剂制备纳米银的方法。

[0007] 本发明通过下述技术方案予以实现:

将壳聚糖溶解于 3% 的乙酸溶液,浴比 1:50,超声 1-12h,随后加入 2-10g/L 的高碘酸钠,在 40-80℃ 下避光反应 10-60min,用去离子水反复清洗,离心,烘干备用;然后按照 10:1-1:1 的体积比,将 0.01-100g/L 高碘酸钠改性后的壳聚糖溶液与 0.01-100g/L 的银氨溶液混合,在 20℃ -80℃ 的温度条件下超声 1-10h,得到纳米银胶体溶液,用乙醇和去离子水反复清洗,离心,干燥处理后得到纳米银。

[0008] 作为优选方案,所述的银氨溶液为硝酸盐或硫酸银与氨水形成的络合物。

[0009] 作为优选方案,所述的离心是以 8000-12000r/min 的转速离心 5-20min。

[0010] 作为优选方案,所述的干燥处理是指将干燥箱温度设定在 40℃,真空的环境下干燥 1-24h。

[0011] 本发明具有如下有益效果:

采用高碘酸钠将壳聚糖的糖残基 C₂ 和 C₃ 位氧化为具有还原性的醛基,可将银离子还原为纳米银,同时壳聚糖中存在的羟基,可借助于氢键或者离子键形成类似网状结构的笼形分子,从而和银离子配位,防止纳米银团聚,进而得到稳定的纳米银溶液。本发明采用高碘酸钠改性后的壳聚糖作为还原剂和稳定剂,具备工艺简单、反应温和、绿色环保等优点。

具体实施方式

[0012] 下面结合具体实施方式,进一步阐述本发明。

[0013] 实施例 1:

将 2g 壳聚糖溶解于 100ml 的 3% 乙酸溶液,超声 1h,随后加入 2g/L 的高碘酸钠,在 80℃ 下避光反应 60min,用去离子水反复清洗,离心,烘干备用;

将 1g 改性壳聚糖溶于 100ml 去离子水中,得到浓度 10g/L 的改性壳聚糖水溶液,与 10ml 浓度 10g/L 的银氨溶液混合,在 80℃ 的温度条件下超声 1h,得到纳米银胶体溶液,用乙醇和去离子水反复清洗,9000r/min 的转速离心 10min,40℃ 真空环境下干燥 20h 得到纳米银。

[0014] 实施例 2:

将 2g 壳聚糖溶解于 100ml 的 3% 乙酸溶液,超声 5h,随后加入 5g/L 的高碘酸钠,在 60℃ 下避光反应 30min,用去离子水反复清洗,离心,烘干备用;

将 1g 改性壳聚糖溶于 50ml 去离子水中,得到浓度 20g/L 的改性壳聚糖水溶液,与 10ml 浓度 5g/L 的银氨溶液混合,在 20℃ 的温度条件下超声 10h,得到纳米银胶体溶液,用乙醇和去离子水反复清洗,8000r/min 的转速离心 10min,40℃ 真空环境下干燥 24h 得到纳米银。

[0015] 实施例 3:

将 2g 壳聚糖溶解于 100ml 的 3% 乙酸溶液,超声 10h,随后加入 10g/L 的高碘酸钠,在 40℃ 下避光反应 10min,用去离子水反复清洗,离心,烘干备用;

将 1g 改性壳聚糖溶于 20ml 去离子水中,得到浓度 50g/L 的改性壳聚糖水溶液,与 10ml 浓度 50g/L 的银氨溶液混合,在 40℃ 的温度条件下超声 4h,得到纳米银胶体溶液,10000r/min 的转速离心 15min,40℃ 真空环境下干燥 4h 得到纳米银。

[0016] 显然,本发明的上述实施例仅仅是为清楚地说明本发明所作的举例,而并非是对本发明的实施方式的限定。对于所属领域的普通技术人员来说,在上述说明的基础上还可以做出其它不同形式的变化或变动。这里无法对所有的实施方式予以穷举。凡是属于本发明的技术方案所引申出的显而易见的变化或变动仍处于本发明的保护范围之列。