



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103663531 A

(43) 申请公布日 2014. 03. 26

(21) 申请号 201310646102. 6

(22) 申请日 2013. 12. 04

(71) 申请人 中国中材国际工程股份有限公司

地址 211100 江苏省南京市江宁开发区将军
大道 106 号

(72) 发明人 冯冬梅 肖国先 汤升亮 董益名
王君

(74) 专利代理机构 南京苏高专利商标事务所
(普通合伙) 32204

代理人 王华

(51) Int. Cl.

C01F 11/18 (2006. 01)

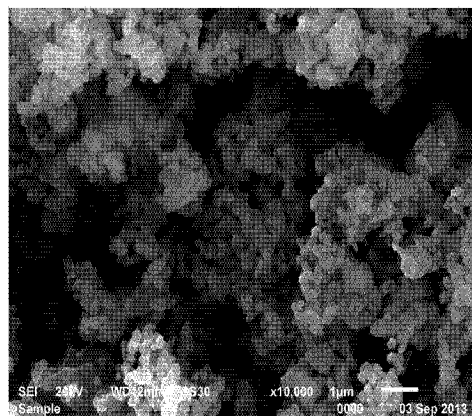
权利要求书1页 说明书2页 附图1页

(54) 发明名称

一种微乳液法制备碳酸钡的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种微乳液法制备碳酸钡的方法,包括以下步骤:1)将氢氧化钠、油酸、水、环己烷和乙醇混合均匀后,加入碳酸氢铵水溶液,形成碳酸盐微乳液;2)将氢氧化钠、油酸、水、环境玩和乙醇混合均匀后,加入硝酸钡水溶液,形成钡盐微乳液;3)室温下,将步骤1)得到的碳酸盐微乳液缓慢加入步骤2)得到的钡盐微乳液中,并充分搅拌均匀,使之完全反应;4)将步骤3)得到的产物进行离心分离,并用乙醇多次洗涤;5)洗涤后的产物经过干燥,最终得到纳米碳酸钡粉体。本发明生产方法简单,反应条件温和,可制得的粒度分布均匀,分散性好的产品,具有良好的应用前景。



1. 一种微乳液法制备碳酸钡的方法,其特征在于包括以下步骤:

1) 将氢氧化钠、油酸、水、环己烷和乙醇混合均匀后,加入碳酸氢铵水溶液,形成碳酸盐微乳液;

2) 将氢氧化钠、油酸、水、环己烷和乙醇混合均匀后,加入硝酸钡水溶液,形成钡盐微乳液;

3) 室温下,将步骤1)得到的碳酸盐微乳液缓慢加入步骤2)得到的钡盐微乳液中,并充分搅拌均匀,使之完全反应;

4) 将步骤3)得到的产物进行离心分离,并用乙醇多次洗涤;

5) 洗涤后的产物经过干燥,最终得到纳米碳酸钡粉体。

2. 根据权利要求1所述微乳液法制备碳酸钡的方法,其特征在于:所述碳酸氢铵水溶液和碳酸氢钡水溶液的浓度均为 $0.1 \sim 0.5 \text{ mol/L}$ 。

3. 根据权利要求2所述微乳液法制备碳酸钡的方法,其特征在于:步骤(1)所述碳酸盐微乳液中氢氧化钠、油酸、水、环己烷、乙醇、碳酸氢铵水溶液的用量关系如下:氢氧化钠的质量:油酸体积:水体积:环己烷体积:乙醇体积:碳酸氢铵水溶液体积 = $5 \sim 15 \text{ g} : 0.1 \sim 0.5 \text{ mL} : 5 \sim 20 \text{ mL} : 80 \sim 120 \text{ mL} : 10 \sim 30 : 5 \sim 15 \text{ mL}$ 。

4. 根据权利要求2所述微乳液法制备碳酸钡的方法,其特征在于:步骤(2)所述钡盐微乳液中氢氧化钠、油酸、水、环己烷、乙醇、硝酸钡水溶液的用量关系如下:氢氧化钠的质量:油酸体积:水体积:环己烷体积:乙醇体积:硝酸钡水溶液体积 = $5 \sim 15 \text{ g} : 0.1 \sim 0.5 \text{ mL} : 5 \sim 20 \text{ mL} : 80 \sim 120 \text{ mL} : 10 \sim 30 : 5 \sim 15 \text{ mL}$ 。

5. 根据权利要求1~4任一所述微乳液法制备碳酸钡的方法,其特征在于:步骤(5)中洗涤后产物经过真空干燥,干燥温度为 $60 \sim 80^\circ\text{C}$,干燥时间为 6-8h。

一种微乳液法制备碳酸钡的方法

技术领域

[0001] 本发明属于化学化工领域,尤其涉及碳酸钙粉体的制备方法。

背景技术

[0002] 碳酸钡是重要的无机化工原料,广泛应用于陶瓷、玻璃、磁性材料、微电子器件及超导领域。目前普通碳酸钡的粒径均在 $5\mu\text{m}$ 以上,难以满足高新科技产品发展的需求,而纳米碳酸钡具有高磁导率、低损耗、饱和磁化强度等优点,可用于制备电容器,传感器,电子陶瓷,高级填充剂,优质颜料等。近年来,人们希望所获得的粉体不仅粒度尺寸达到纳米范围,而且形态也比较一致,因此纳米微细化和颗粒定型化是粉体制备的研究方向。

[0003] 目前,常见的制备碳酸钡及控制碳酸钡形貌的方法较多,例如均相沉淀法、共沉淀法、固相法、微乳液法以及水热合成法等。微乳液法是最近发展起来的一种制备纳米材料的方法,微乳液法是利用两种互不相溶的溶剂在表面活性剂的作用下形成一个均匀的乳液,从乳液中析出固体,这样可使成核、生长、聚结、团聚等过程局限在一个微小的球形液滴内,从而可形成纳米颗粒,用微乳液法制备纳米颗粒还能避免颗粒之间进一步团聚。

发明内容

[0004] 针对现有技术中存在的缺陷和技术问题,本发明提供了一种微乳液法制备碳酸钡的方法,该方法制得的碳酸钡颗粒为纳米级,粒径可控,颗粒粒径分布均匀,单分散性好。

[0005] 为解决上述技术问题,本发明采用以下技术方案:一种微乳液法制备碳酸钡的方法,包括以下步骤:

1) 将氢氧化钠、油酸、水、环己烷和乙醇混合均匀后,加入碳酸氢铵水溶液,形成碳酸盐微乳液;

2) 将氢氧化钠、油酸、水、环己烷和乙醇混合均匀后,加入硝酸钡水溶液,形成钡盐微乳液;

3) 室温下,将步骤 1) 得到的碳酸盐微乳液缓慢加入步骤 2) 得到的钡盐微乳液中,并充分搅拌均匀,使之完全反应;

4) 将步骤 3) 得到的产物进行离心分离,并用乙醇多次洗涤;

5) 洗涤后的产物经过干燥,最终得到纳米碳酸钡粉体。

[0006] 作为优选,所述碳酸氢铵水溶液和碳酸氢钡水溶液的浓度均为 $0.1 \sim 0.5\text{mol/L}$ 。

[0007] 作为优选,步骤(1)所述碳酸盐微乳液中氢氧化钠、油酸、水、环己烷、乙醇、碳酸氢铵水溶液的用量关系如下:氢氧化钠的质量:油酸体积:水体积:环己烷体积:乙醇体积:碳酸氢铵水溶液体积 = $5 \sim 15\text{g}:0.1 \sim 0.5\text{mL}:5 \sim 20\text{mL}:80 \sim 120\text{mL}:10 \sim 30:5 \sim 15\text{mL}$ 。

[0008] 作为优选,步骤(2)所述钡盐微乳液中氢氧化钠、油酸、水、环己烷、乙醇、硝酸钡水溶液的用量关系如下:氢氧化钠的质量:油酸体积:水体积:环己烷体积:乙醇体积:硝酸钡水溶液体积 = $5 \sim 15\text{g}:0.1 \sim 0.5\text{mL}:5 \sim 20\text{mL}:80 \sim 120\text{mL}:10 \sim 30:5 \sim 15\text{mL}$ 。

[0009] 作为优选,步骤(5)中洗涤后产物经过真空干燥,干燥温度为 $60 \sim 80^\circ\text{C}$,干燥时间

为 6-8h。

[0010] 有益效果：相对于现有技术，本发明提供了工艺简单、产品粒径分布均匀且可控的纳米碳酸钡粉体的制备方法。

附图说明

[0011] 图 1 为本发明实施例制备的碳酸钡粉体的 SEM 照片。

具体实施方式

[0012] 下面结合附图并以具体实施例，进一步阐明本发明。应理解这些实施例仅用于说明本发明而并不用于限制本发明的范围，在阅读了本发明之后，本领域技术人员对本发明的各种等价形式的修改均落于本申请所附权利要求所限定的范围。

[0013] 将 10g 氢氧化钠、0.2mL 油酸、10mL 去离子水、100mL 环己烷、20mL 乙醇混合均匀，再加入 10mL 浓度为 0.1mol/L 的碳酸氢铵水溶液，形成碳酸盐微乳液；将 10g 氢氧化钠、0.2mL 油酸、10mL 去离子水、100mL 环己烷、20mL 乙醇混合均匀，再加入 10mL 0.1mol/L 的硝酸钡水溶液，形成碳酸盐微乳液；室温下，将碳酸盐微乳液缓慢滴加到钡盐微乳液中，充分搅拌均匀，使之完全反应。；反应产物离心分离，用乙醇多次洗涤；将洗涤后的产物洗涤后产物在真空干燥箱温度为 60-80℃，干燥时间为 6-8h，最终得到纳米碳酸钡粉体。

[0014] 本发明中，氢氧化钠和油酸作用形成油酸根粒子，作为表面活性剂，溶解在环己烷溶液中，可以形成大量纳米级的微乳胶团，隔绝钡离子和碳酸根粒子，是两者之间的反应速度降低并可控，从而达到抑制碳酸钡晶体生长，有效降低产物粒径的目的。图 1 为本实施例制备的纳米碳酸钡的 SEM 照片，从图可知碳酸钡粉体为纳米级颗粒的均匀分布。

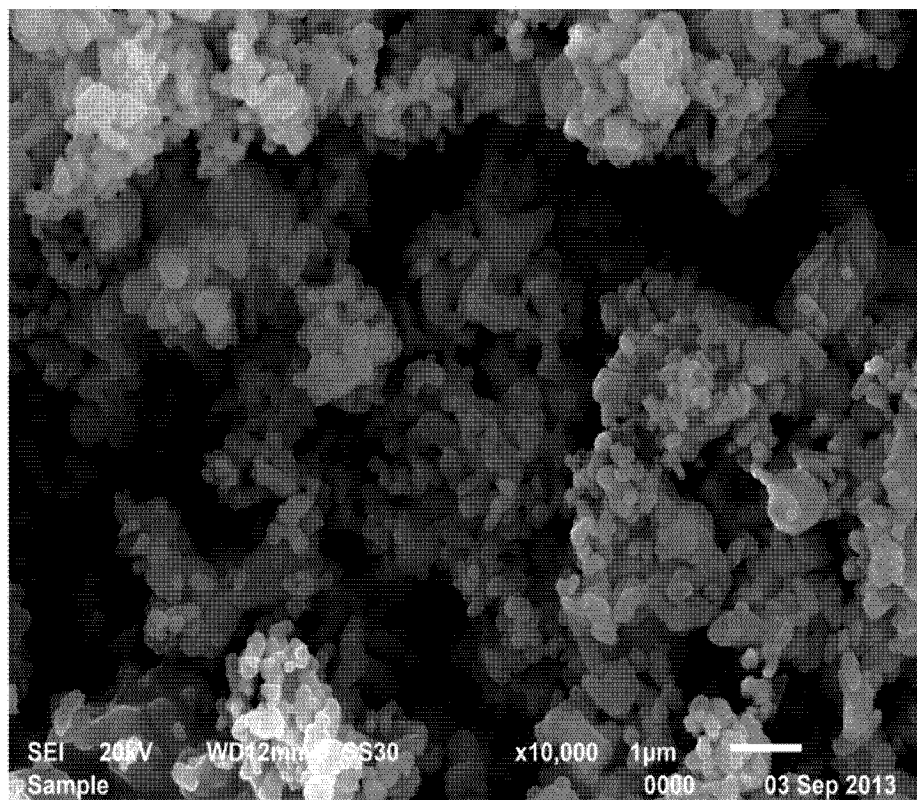


图 1