

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C09C 3/06 (2006.01)

C09C 1/42 (2006.01)



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200610039389.6

[43] 公开日 2006 年 9 月 13 日

[11] 公开号 CN 1831048A

[22] 申请日 2006.3.29

[74] 专利代理机构 苏州创元专利商标事务所有限公

[21] 申请号 200610039389.6

司

[71] 申请人 苏州大学

代理人 陶海锋

地址 215006 江苏省苏州市沧浪区十梓街 1
号

[72] 发明人 郎建平 曹向前 陈 阳 任志刚
尤振根 陈丽昆 李 勇 张忠飞

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

[54] 发明名称

载银微米高岭土及其制备方法

[57] 摘要

本发明公开了一种实用性强的微米高岭土制备方法，其制备方法，取煤系高岭土在一定的温度下连续和两组试剂搅拌反应数小时至充分反应，过滤、洗涤，烘干后即获得本发明所述的微米高岭土。将该产品用于吸收银，可得到令人满意的效果。本发明所用的料来源广泛，实用性强，反应条件温和，无需特殊设备。

1. 一种载银微米高岭土的制备方法，其特征在于，包括下列步骤：

(1) 将高岭土粉末、碱性化合物、尿素、水按重量比为 1：0.2～1：0.1～0.5：4～10 进行混合，电磁搅拌，反应 4 小时至 12 小时，所述碱性化合物选自氢氧化钠、碳酸钠中的一种或两种；

(2) 再加入 1～3 份冰醋酸，0.05～0.2 份阴离子表面活性剂，继续反应 4 小时至 12 小时，过滤、洗涤、烘干，获得白色粉末状固体；

(3) 取上述粉末状固体，加入含银离子的溶液中，电磁搅拌至少 15 分钟，抽滤、洗涤，获得所述的载银微米高岭土。

2. 根据权利要求 1 所述的微米高岭土的制备方法，其特征在于：所述阴离子表面活性剂采用十二烷基苯磺酸钠。

3. 根据权利要求 1 所述的微米高岭土的制备方法，其特征在于：在所述步骤(1)中，搅拌的同时进行加热，使反应温度控制在 0℃～150℃。

4. 根据权利要求 1 所述的微米高岭土的制备方法，其特征在于：在所述步骤(2)中，反应时加热，温度控制在 0℃～150℃。

5. 根据权利要求 1 所述的微米高岭土的制备方法，其特征在于：所述含银离子的溶液为硝酸银溶液，浓度在 0.02M 至 0.06M 之间。

6. 根据权利要求 5 所述的微米高岭土的制备方法，其特征在于：吸银时间在 30 分钟到 2 小时之间。

7. 根据权利要求 1 所述的微米高岭土的制备方法，其特征在于：所述含银离子的溶液为银氨溶液。

8. 采用权利要求 1 的方法获得的载银微米高岭土。

载银微米高岭土及其制备方法

技术领域

本发明涉及微米高岭土载银的制备方法。本发明还涉及新型微米高岭土的制备方法。

背景技术

银作为抗菌剂使用由来已久，1939年Hill等用实验手段证明了银离子具有杀菌能力。作为抗菌剂必须有合适的材料作为载体，现有报道中，一般采用海泡石、膨润土、沸石、磷酸盐、吸附性硅胶以及玻璃等做无机载体，构成无机载银抗菌剂。例如：在《海泡石载银抗菌剂的制备研究》（武汉科技学院学报2003.8, 63-66）中报道了使用海泡石作载体载银，在《煤基载银抗菌剂的研制》（煤化工 2005, 4, 27-30）中报道了使用神府煤作载体载银，在《纳米载银抗菌粉体材料的制备工艺与性能》（中国陶瓷 2001, 2, 1-3）中报道了以纳米磷酸锆为载体的纳米载银抗菌粉体材料，在《载银TiO₂无机抗菌剂的制备及性能研究》（功能材料 2005, 3, 474-476）中报道了以 TiO₂作为载体载银，在《载银膨润土的抗菌性能研究》（非金属矿 2001, 9, 17-18）中使用天然膨润土作载体载银制备抗菌剂。然而，这些报道中的载体都须经过离子交换作用交换银才能载银，并且，获得的载银抗菌剂存在变色问题。

高岭土的主要成份是氧化硅和氧化铝，如能用其作为载体，有可能提高银离子的稳定性，以延缓其变色过程。我国有丰富的高岭土资源，但因其离子交换能力差，无法采用上述离子交换方法来形成银的无机载体。同时，现有的高岭土产品，细度不够，如需作为载体使用，需要进行超细处理，以提高其比表面积。

发明内容

本发明目的是提供一种载银微米高岭土，以作为一种新的无机抗菌剂；同时提供一种该载银微米高岭土的步骤少、易操作、成本低、反应条件温和的制

备方法。

为达到上述目的，本发明采用的技术方案是：一种载银微米高岭土的制备方法，包括下列步骤：

(1) 将高岭土粉末、碱性化合物、尿素、水按重量比为 1：0.2~1：0.1~0.5：4~10 进行混合，电磁搅拌，反应 4 小时至 12 小时，所述碱性化合物选自氢氧化钠、碳酸钠中的一种或两种；

(2) 再加入 1~3 份冰醋酸，0.05~0.2 份阴离子表面活性剂，继续反应 4 小时至 12 小时，过滤、洗涤、烘干，获得白色粉末状固体；

(3) 取上述粉末状固体，加入含银离子的溶液中，电磁搅拌至少 15 分钟，抽滤、洗涤，获得所述的载银微米高岭土。

上述技术方案中，所述阴离子表面活性剂采用十二烷基苯磺酸钠。

优选的技术方案，在所述步骤(1)中，搅拌的同时进行加热，使反应温度控制在 0℃~150℃。在所述步骤(2)中，反应时加热，温度控制在 0℃~150℃。

上述技术方案中，所述含银离子的溶液可以是硝酸银溶液，浓度在 0.02M 至 0.06M 之间。

优选的吸银时间在 30 分钟到 2 小时之间。

另一种技术方案，所述含银离子的溶液为银氨溶液。

本发明同时请求保护采用上述技术方案制备获得的载银微米高岭土。

本发明中，高岭土经第一组试剂插层反应后再和第二组试剂反应，最后用做吸银的载体。

由于上述技术方案运用，本发明与现有技术相比具有下列优点：

1. 本发明获得了一种新的无机抗菌剂载银微米高岭土，一方面高岭土经过超细处理，比表面积大，对银离子具有很好的吸附和缓释作用，另一方面，由于铝的存在，提高了银离子的稳定性，延缓了其变色过程；

2. 本发明通过对插层剂和工艺参数的选择，使得整个制备过程插层步骤少，因而对环境污染较小；

3. 本发明原料消耗少，来源广泛，容易获得；

4. 本发明操作简单，不需要机械研磨，设备要求低；

5. 本发明方法的反应条件温和，时间短，一天内可完成全过程。

附图说明

附图 1 为本发明产品所用原料高岭土的扫描电镜粒径示意图；

附图 2 为本发明实施例一产品的扫描电镜粒径示意图。

具体实施方式

下面对本发明作进一步描述：

实施例一：取 5 克煤系高岭土，加 2.5 克氢氧化钠、2.5 克尿素、40 毫升去离子水在 75℃下电磁搅拌 4 小时，加入 10 毫升冰醋酸、0.1 克十二烷基苯磺酸钠，继续反应 4 小时，抽滤，用热去离子水洗涤，得白色粉末，105℃烘干后，即得到微米高岭土，进一步用于制备载银微米高岭土，产率为 99.7%。

参见附图 2，所述发明产品的扫描电镜粒径示意图。

实施例二：取实施例一所得土 8 份，每份 1 克，各加 0.02M 硝酸银溶液 10ml，30℃下电磁搅拌时间分别为 15 分钟、30 分钟、1 小时、1.5 小时、2 小时、2.5 小时、4 小时、5 小时，抽滤、洗涤。滤液用 0.04M 的硫氰酸铵溶液滴定，以硫酸铁铵做指示剂，测量吸收的银量，计算出吸银率，吸银率（%）依次为 95.3、96.1、96.4、95.3、95.1、98.0、99.0。总体表明反应时间越长，吸银率越高。但有几个拐点，说明吸附和解吸达到平衡需要一定的时间，短时间内以吸附反应为主，如 15 分钟、30 分钟，1 小时后解吸反应逐渐强烈，最后在 4~5 小时后达到平衡。

实施例三：取实施例一所得土 1 克，加 0.06M 硝酸银溶液 10ml，操作同实施例二。吸银率从 58.7% 到 73.3%，同样可得与时间的正比关系。虽然相应吸银率的数值低于实施例二的值，而吸收银的量却远大于实施例二的值。

实施例四：取实施例一所得土 1 克，加 0.06M 硝酸银溶液 10ml，38℃下电磁搅拌 10 小时，抽滤、洗涤，滤液滴定。吸银率为 56.4%。

实施例五：取实施例一所得土 1 克，加 0.06M 硝酸银溶液 10ml，加几滴硝酸，25℃下电磁搅拌 1 小时，抽滤、洗涤，滤液滴定。吸银率仅为 0.8%。

实施例六：取实施例一所得土 1 克，加 0.06M 硝酸银溶液 10ml，加几滴硝酸，60℃下电磁搅拌 4 小时，抽滤、洗涤，滤液滴定。吸银率仅为 2.8%。

实施例七：取实施例一所得土 1 克，加 0.06M 银氯溶液 10ml，30℃下电磁搅拌 40 分钟，抽滤、洗涤，滤液滴定。吸银率为 66.6%。

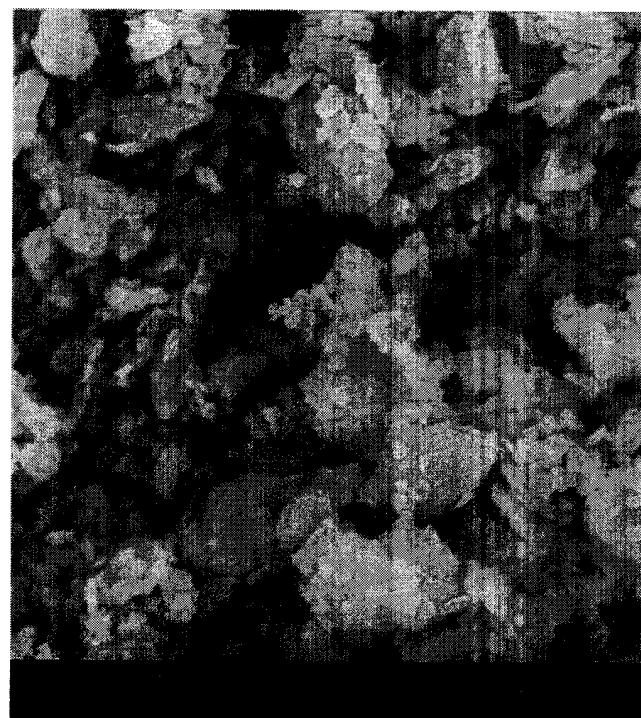


图 1

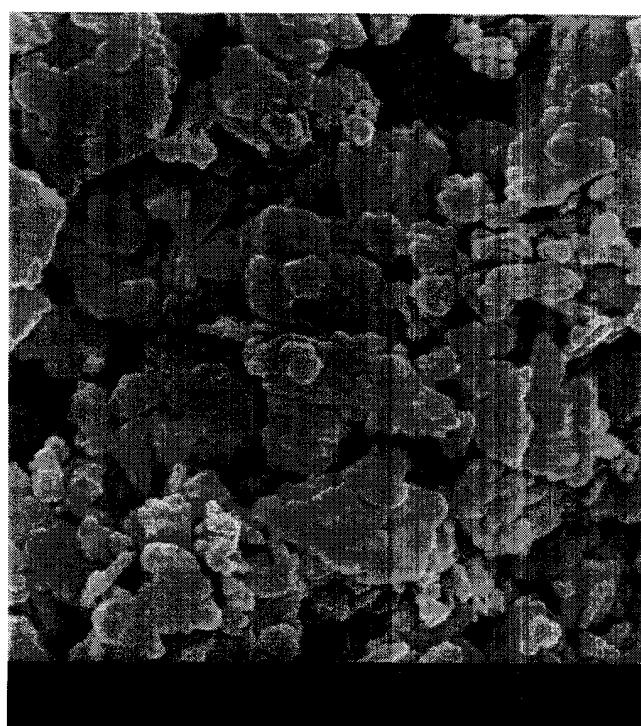


图 2