

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.



[12] 发明专利说明书

B28C 1/04 (2006.01)

C09C 1/36 (2006.01)

C09C 3/06 (2006.01)

专利号 ZL 200410024896.3

[45] 授权公告日 2008 年 11 月 12 日

[11] 授权公告号 CN 100431813C

[22] 申请日 2004.5.31

[21] 申请号 200410024896.3

[73] 专利权人 丽水市吉丽斯纺织材料有限公司

地址 323000 浙江省丽水市水木清华苑 13
幢 401 室

[72] 发明人 翁建龙

[56] 参考文献

US4495338A 1985.1.22

US4298718A 1981.11.3

CN1323743A 2001.11.28

审查员 何华冬

[74] 专利代理机构 杭州求是专利事务所有限公司
代理人 张法高

权利要求书 1 页 说明书 3 页

[54] 发明名称

一种纳米浆料的组合物及其制备方法

[57] 摘要

本发明公开了一种纳米浆料的组合物及其制备方法，其工艺过程是，由四氯化钛与碱溶液进行反应制得氧化钛胶体，通过加碱中和、洗涤至无杂质离子，用高速分散机将洗涤产物配制成 1 - 25% 的悬浮液，再进行氧化硅、氧化铝与氧化钛的复合，再洗涤至无杂质离子，用高速分散机将洗涤产物配制成 1 - 30% 的悬浮液。所形成的纳米浆料包括了纳米材料组分和水，其中纳米材料为氧化钛，或者氧化钛和氧化硅或氧化铝的复合物，纳米材料重量百分比浓度为 1 - 30%。由此方法获得的纳米浆料具有分散性和稳定性好，且在生产过程中避免了分散剂的使用，所得产品无毒、无腐蚀、无污染，既降低生产成本，又有利于环保，具有广阔的市场前景。

- 1、一种纳米浆料的组合物的制备方法，其特征在于其工艺过程是：
 - c、胶体的形成：由四氯化钛与碱溶液进行反应制得氧化钛胶体；
 - d、中和：加碱中和，控制体系的PH值为6-8；
 - e、洗涤：将得到的沉淀物洗涤至无杂质离子；
 - f、配制悬浮液：用高速分散机将洗涤产物配制成1-25%的悬浮液；
 - g、氧化硅或氧化铝，或氧化硅和氧化铝与氧化钛的复合：1-25%的氧化钛悬浮液充分分散后，加入硅酸盐或铝酸盐，或硅酸盐和铝酸盐，形成纳米氧化钛，或者氧化钛和氧化硅或氧化铝的纳米复合物，或者氧化钛和氧化硅、氧化铝的纳米复合物，再加酸中和至PH值为6-8；
 - h、洗涤：将得到的沉淀物洗涤至无杂质离子；
 - i、配制悬浮液：用高速分散机将洗涤产物配制成1-30%的纳米材料的悬浮液。
- 2、如权利要求1所述的一种纳米浆料的组合物的制备方法，其特征在于所用的四氯化钛水溶液的浓度范围为5-50%。
- 3、如权利要求1所述的一种纳米浆料的组合物的制备方法，其特征在于所用的铝酸盐或硅酸盐水溶液浓度范围为2-20%。
- 4、一种纳米浆料组合物，包括纳米材料组分和水，其特征在于所述的纳米材料为氧化钛，或者氧化钛和氧化硅或氧化铝的复合物，或者氧化钛和氧化硅、氧化铝的复合物，纳米材料重量百分比浓度为1-30%。
- 5、如权利要求4所述的一种纳米浆料组合物，其特征在于氧化钛的含量为总重量的1-30%、氧化硅0-25%、氧化铝0-25%，余量为水。
- 6、如权利要求4或5所述的一种纳米浆料组合物，其特征在于所述的纳米材料的颗粒尺寸为5-100nm。

一种纳米浆料的组合物及其制备方法

技术领域

本发明涉及纳米材料领域，尤其涉及到一种纳米浆料的组合物及其制备方法。

背景技术

纳米材料中，高浓度晶界及晶界原子的特殊结构导致材料的力学性能、磁性、介电性、超导性、光学乃至热力学性能的改变。由于纳米粒子表面原子数增多，表面原子配位数不足和高的表面能，使这些原子易与其它原子相结合而稳定下来，故具有很高的化学活性。正因为纳米材料的这种特性，使纳米材料在陶瓷、微电子学、生物工程、光电领域、化工领域等得到了广泛的关注。但由于纳米材料的表面积原子数多，比表面积大，极易团聚，尤其是纳米浆料的制造，由于水的存在，在纳米材料形成过程，纳米材料的分散成为是否能有效获得纳米浆料的关键。中国专利 01128271.1 公开了一种纳米氧化锌浆料的生产方法，其主要内容是在分散剂参与的情况下，通过高速分散、球磨制得纳米氧化锌浆料。从而获得了一种高浓度分散体系的纳米浆料。然而这种制备方法必须要有分散剂的存在，而许多分散剂是磷酸盐类，或采用一些进口的分散剂，不仅价格昂贵，而且许多分散剂是水体的重要污染源，如磷酸盐类就极易造成水体的 BOD 值的上升。

发明内容

本发明要解决的主要问题，是采用调控纳米材料的形成过程，实现纳米浆料形成过程的分散控制，从而避免分散剂的使用，实现纳米浆料的无公害化生产。

本发明的目的是通过下述方式实现的：

一种纳米浆料的制备方法，其工艺过程是：

- a、胶体的形成：由四氯化钛与碱溶液进行反应制得氧化钛胶体；
- b、中和：加碱中和，控制体系的PH值为6-8；
- c、洗涤：将得到的沉淀物洗涤至无杂质离子；
- d、配制悬浮液：用高速分散机将洗涤产物配制成1-25%的悬浮液；
- a、氧化硅或氧化铝，或氧化硅和氧化铝与氧化钛的复合：1-25%的氧化钛悬浮液充分分散后，加入硅酸盐或铝酸盐，或硅酸盐和铝酸盐，形成纳米氧化钛，或者氧化钛和氧化硅或氧化铝的纳米复合物，或者氧化钛和氧化硅、氧化铝的纳米复合物，再加酸中和至PH值为6-8；
- b、洗涤：将得到的沉淀物洗涤至无杂质离子；
- e、配制悬浮液：用高速分散机将洗涤产物配制成1-30%的纳米材料的悬浮液。

为了保证反应过程的充分，所用的四氯化钛水溶液的浓度范围应限定在5-50%内，铝酸盐或硅酸盐水溶液浓度限定在2-20%范围内。

本发明的另一项目的是提供一种纳米浆料，这种浆料包括了纳米材料组分和水，其中纳米材料为氧化钛，或者氧化钛和氧化硅或氧化铝的复合物，或者氧化钛和氧化硅、氧化铝的复合物，纳米材料重量百分比浓度为1—30%。

当纳米材料为组合物时，氧化钛的含量为总重量的1-30%、氧化硅0—25%、氧化铝0—25%，余量为水。

纳米材料的颗粒尺寸为5—100nm。

以上所述的纳米浆料的生产方法，可将各类纳米氧化物材料有效地组合在一起，所获得的纳米浆料分散性和稳定性好，同时具有了各类纳米氧化物的特征，且在生产过程中避免了分散剂的使用，所得产品无毒、无腐蚀、无污染，既降低生产成本，又有利于环保，并且使用方便，适用范围广，具有广阔的市场前景。

具体实施方式

实施例1：由100ml浓度为5%四氯化钛水溶液加氢氧化钠水溶液得氧化钛水合物，并使四氯化钛水溶液稍过量，得到带正电的氧化钛胶体，加热搅拌2小

时，加入浓度为 8%的氢氧化钠水溶液，调节整个体系的 PH 值为 7，再陈化 2 小时。将得到的沉淀物洗涤至无杂质离子，把洗涤后的沉淀物加纯水，经高速分散机分散半小时，配制成浓度为 1%的悬浮液。

实施例 2：由 100ml 浓度为 40%四氯化钛水溶液加氨水得氧化钛水合物，并使四氯化钛水溶液稍过量，得到带正电的氧化钛胶体，加热搅拌 1 小时，加入浓度为 10%的氨水，调节整个体系的 PH 值为 7，再陈化 2 小时。将得到的沉淀物洗涤至无杂质离子，把洗涤后的沉淀物加纯水，经高速分散机分散半小时，配制成浓度为 5%的悬浮液。加热充分分散后，向悬浮液中滴加硅酸钠水溶液，充分搅拌半小时后再滴加 5%的盐酸至体系的 PH 值为 7，再陈化半小时，将得到的沉淀物洗涤至无杂质离子，把洗涤后的沉淀物加纯水，经高速分散机分散半小时，配制成浓度为 15%的悬浮液。

实施例 3：由 100ml 浓度为 10%四氯化钛水溶液加氢氧化钾水溶液得氧化钛水合物，并使四氯化钛水溶液稍过量，得到带正电的氧化钛胶体，加热搅拌 1 小时，加入浓度为 2%的氢氧化钾水溶液，调节整个体系的 PH 值为 8，再陈化 2 小时。将得到的沉淀物洗涤至无杂质离子，把洗涤后的沉淀物加纯水，经高速分散机分散半小时，配制成浓度为 8%的悬浮液。加热充分分散后，向悬浮液中滴加 30ml 浓度为 2%铝酸钠水溶液，充分搅拌半小时后再滴加 5%的盐酸，使体系的 PH 值为 7，再陈化半小时，将得到的沉淀物洗涤至无杂质离子，把洗涤后的沉淀物加纯水，经高速分散机分散半小时，配制成浓度为 10%的悬浮液。

实施例 4：由 100ml 浓度为 50%四氯化钛水溶液加氢氧化钠水溶液得氧化钛水合物，并使四氯化钛水溶液稍过量，得到带正电的氧化钛胶体，加热搅拌 1 小时，加入浓度为 15%的氢氧化钠水溶液，调节整个体系的 PH 值为 8，再陈化 2 小时。将得到的沉淀物洗涤至无杂质离子，把洗涤后的沉淀物加纯水，经高速分散机分散半小时，配制成浓度为 5%的悬浮液。加热充分分散后，向悬浮液中滴加 100ml 浓度为 10%硅酸钠水溶液，充分搅拌半小时后再滴加 50ml 浓度为 10%铝酸钠水溶液，然后滴加浓度为 5%的盐酸至体系的 PH 值为 6，再陈化半小时，将得到的沉淀物洗涤至无杂质离子，把洗涤后的沉淀物加纯水，经高速分散机分散半小时，配制成浓度为 30%的悬浮液。