



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103918711 A

(43) 申请公布日 2014. 07. 16

(21) 申请号 201410156315. 5

(22) 申请日 2014. 04. 17

(71) 申请人 常州大学

地址 213164 江苏省常州市武进区滆湖路 1 号

(72) 发明人 马建锋 邹静 李良银 姚超

(51) Int. Cl.

A01N 59/16 (2006. 01)

A01N 25/08 (2006. 01)

A01P 1/00 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种埃洛石负载纳米银抗菌材料的制备

(57) 摘要

本发明公开一种埃洛石负载纳米银抗菌材料的制备方法,具体步骤如下:将纯度不低于 80wt% 的埃洛石加入到硝酸溶液中,常温下搅拌 4~8h,得到酸处理的埃洛石,将该产品置于真空抽滤瓶中,在真空下和硝酸银乙醇溶液混合,再联通大气,在大气压力下让硝酸银充分进入埃洛石管内,继续搅拌 2~3h,固液分离,真空 70~80℃烘干;将烘干得到的产品置于真空管式炉中,抽真空并以 5-50℃/min 的加热速度加热至 400-550℃,煅烧 2~4h 后,停止加热,冷却至室温,停止抽真空,即得到一种埃洛石负载纳米银抗菌材料。本发明的优点是让硝酸银能进入到管道中,再利用高温在真空下将硝酸银分解得到单质纳米银颗粒。该过程能保证纳米银颗粒存在于埃洛石管道中。

1. 一种埃洛石负载纳米银抗菌材料的制备,其特征是依次包括如下步骤:

1)将纯度不低于80wt%的埃洛石加入到1~5wt%的硝酸溶液中,反应体系固液比按质量百分比为5~10%,常温下搅拌4~8h,离心脱水并干燥,得到酸处理的埃洛石,处理后埃洛石内层的铝氧化物被溶解掉,管道内径变大;

2)将2g硝酸银溶解于80~100mL乙醇中,配制成硝酸银乙醇溶液;

3)将4~8g酸处理的埃洛石置于真空抽滤瓶中,真空抽滤瓶中放入磁力搅拌转子,真空抽滤瓶侧面细颈接真空泵,真空抽滤瓶瓶口通过橡皮塞连接分液漏斗,橡皮塞起封闭作用,使分液漏斗和真空抽滤瓶之间紧密连接,分液漏斗旋塞处于关闭状态;

4)将硝酸银乙醇溶液装入分液漏斗中,将连着分液漏斗的真空抽滤瓶置于磁力搅拌器上,打开真空泵,抽真空,打开磁力搅拌器,打开分液漏斗旋塞,让分液漏斗中的硝酸银乙醇溶液滴下,在真空状态下混合,在硝酸银快要滴加完成时,迅速完全打开分液漏斗旋塞,让空气完全进入,在空气的压力下,让硝酸银充分进入埃洛石管内,继续搅拌2~3h,固液分离,真空70~80℃烘干;

5)将烘干得到的产品置于真空管式炉中,抽真空并以5-50℃/min的加热速度加热至400-550℃,煅烧2~4h后,停止加热,冷却至室温,停止抽真空,即得到一种埃洛石负载纳米银抗菌材料。

一种埃洛石负载纳米银抗菌材料的制备

技术领域

[0001] 本发明涉及一种埃洛石负载纳米银抗菌材料的制备。

背景技术

[0002] 银纳米粒子的抗菌作用具有广谱性,对不同菌种都有良好的抑制效果。对烧烫伤及创伤表面常见的细菌,如金黄色葡萄球菌、大肠杆菌、绿脓杆菌、白色念珠菌及其它革兰氏阳性菌和革兰氏阴性菌等,都有杀菌作用;对沙眼衣原体、引起性传播性疾病的淋球菌,也有强大的杀菌作用。但是纳米粒子表面活性非常高,极易团聚,要获得很好的表面抗菌作用,必须对纳米银进行负载或改性。

[0003] 埃洛石又被称多水高岭石。化学组成与高岭石相同,具有相同的 1 : 1 的 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 比,片层结构卷曲成了 SiO_2 在外层, Al_2O_3 在内层,因此埃洛石纳米管具有与 SiO_2 非常相似的表面性质,和 Al_2O_3 相似的内层性质。一般来说埃洛石纳米管由多个高岭土片层卷曲而成,是天然的多壁型纳米管,管外径为 20-100nm,内径为 5-30nm,长度为 150nm-2 μm 。埃洛石与高岭土在晶体结构上的主要区别,一是管状构造,一是片状构造。埃洛石纳米管,由高岭石的片层在天然条件下卷曲而成,呈微管状结构。将纳米银颗粒负载到埃洛石的管内,

[0004] 可以有效的控制纳米银颗粒尺寸。但现有的技术仅仅是将纳米银颗粒负载到埃洛石的外表面,而内表面面积巨大,可以有更好的抗菌效果。

发明内容

[0005] 本发明的目的是为克服现有技术的不足,提供一种埃洛石负载纳米银抗菌材料的制备。

[0006] 本发明采用的技术方案是依次包括如下步骤:

[0007] 1)将纯度不低于 80wt% 的埃洛石加入到 1 ~ 5wt% 的硝酸溶液中,反应体系固液比按质量百分比为 5 ~ 10%,常温下搅拌 4 ~ 8h,离心脱水并干燥,得到酸处理的埃洛石,处理后埃洛石内层的铝氧化物被溶解掉,管道内径变大;

[0008] 2)将 2g 硝酸银溶解于 80 ~ 100mL 乙醇中,配制成硝酸银乙醇溶液;

[0009] 3)将 4 ~ 8g 酸处理的埃洛石置于真空抽滤瓶中,真空抽滤瓶中放入磁力搅拌转子,真空抽滤瓶侧面细颈接真空泵,真空抽滤瓶瓶口通过橡皮塞连接分液漏斗,橡皮塞起封闭作用,使分液漏斗和真空抽滤瓶之间紧密连接,分液漏斗旋塞处于关闭状态;

[0010] 4)将硝酸银乙醇溶液装入分液漏斗中,将连着分液漏斗的真空抽滤瓶置于磁力搅拌器上,打开真空泵,抽真空,打开磁力搅拌器,打开分液漏斗旋塞,让分液漏斗中的硝酸银乙醇溶液滴下,在真空状态下混合,在硝酸银快要滴加完成时,迅速完全打开分液漏斗旋塞,让空气完全进入,在空气的压力下,让硝酸银充分进入埃洛石管内,继续搅拌 2 ~ 3h,固液分离,真空 70 ~ 80°C 烘干;

[0011] 5)将烘干得到的产品置于真空管式炉中,抽真空并以 5-50°C /min 的加热速度加热至 400-550°C,煅烧 2 ~ 4h 后,停止加热,冷却至室温,停止抽真空,即得到一种埃洛石负

载纳米银抗菌材料。

[0012] 本发明的优点是首先排空埃洛石管道中的空气和水汽,使埃洛石和硝酸银能够充分接触,特别是让硝酸银能进入到管道中,再利用高温在真空下将硝酸银分解得到单质纳米银颗粒。该过程能保证纳米银颗粒存在于埃洛石管道中。

具体实施方式

[0013] 以下进一步提供本发明的 3 个实施例:

[0014] 实施例 1

[0015] 将纯度不低于 80wt% 的埃洛石加入到 5wt% 的硝酸溶液中,反应体系固液比按质量百分比为 10%,常温下搅拌 8h,离心脱水并干燥,得到酸处理的埃洛石,处理后埃洛石内层的铝氧化物被溶解掉,管道内径变大;将 2g 硝酸银溶解于 100mL 乙醇中,配制成硝酸银乙醇溶液;将 8g 酸处理的埃洛石置于真空抽滤瓶中,真空抽滤瓶中放入磁力搅拌转子,真空抽滤瓶侧面细颈接真空泵,真空抽滤瓶瓶口通过橡皮塞连接分液漏斗,橡皮塞起封闭作用,使分液漏斗和真空抽滤瓶之间紧密连接,分液漏斗旋塞处于关闭状态;将硝酸银乙醇溶液装入分液漏斗中,将连着分液漏斗的真空抽滤瓶置于磁力搅拌器上,打开真空泵,抽真空,打开磁力搅拌器,打开分液漏斗旋塞,让分液漏斗中的硝酸银乙醇溶液滴下,在真空状态下混合,在硝酸银快要滴加完成时,迅速完全打开分液漏斗旋塞,让空气完全进入,在空气的压力下,让硝酸银充分进入埃洛石管内,继续搅拌 3h,固液分离,真空 70℃ 烘干;将烘干得到的产品置于真空管式炉中,抽真空并以 50℃ /min 的加热速度加热至 550℃,煅烧 4h 后,停止加热,冷却至室温,停止抽真空,即得到一种埃洛石负载纳米银抗菌材料。实施例 2

[0016] 将纯度不低于 80wt% 的埃洛石加入到 1wt% 的硝酸溶液中,反应体系固液比按质量百分比为 5%,常温下搅拌 4h,离心脱水并干燥,得到酸处理的埃洛石,处理后埃洛石内层的铝氧化物被溶解掉,管道内径变大;将 2g 硝酸银溶解于 80mL 乙醇中,配制成硝酸银乙醇溶液;将 4g 酸处理的埃洛石置于真空抽滤瓶中,真空抽滤瓶中放入磁力搅拌转子,真空抽滤瓶侧面细颈接真空泵,真空抽滤瓶瓶口通过橡皮塞连接分液漏斗,橡皮塞起封闭作用,使分液漏斗和真空抽滤瓶之间紧密连接,分液漏斗旋塞处于关闭状态;将硝酸银乙醇溶液装入分液漏斗中,将连着分液漏斗的真空抽滤瓶置于磁力搅拌器上,打开真空泵,抽真空,打开磁力搅拌器,打开分液漏斗旋塞,让分液漏斗中的硝酸银乙醇溶液滴下,在真空状态下混合,在硝酸银快要滴加完成时,迅速完全打开分液漏斗旋塞,让空气完全进入,在空气的压力下,让硝酸银充分进入埃洛石管内,继续搅拌 2h,固液分离,真空 80℃ 烘干;将烘干得到的产品置于真空管式炉中,抽真空并以 5℃ /min 的加热速度加热至 400℃,煅烧 2h 后,停止加热,冷却至室温,停止抽真空,即得到一种埃洛石负载纳米银抗菌材料。

[0017] 实施例 3

[0018] 将纯度不低于 80wt% 的埃洛石加入到 5wt% 的硝酸溶液中,反应体系固液比按质量百分比为 8%,常温下搅拌 8h,离心脱水并干燥,得到酸处理的埃洛石,处理后埃洛石内层的铝氧化物被溶解掉,管道内径变大;将 2g 硝酸银溶解于 100mL 乙醇中,配制成硝酸银乙醇溶液;将 8g 酸处理的埃洛石置于真空抽滤瓶中,真空抽滤瓶中放入磁力搅拌转子,真空抽滤瓶侧面细颈接真空泵,真空抽滤瓶瓶口通过橡皮塞连接分液漏斗,橡皮塞起封闭作用,使分液漏斗和真空抽滤瓶之间紧密连接,分液漏斗旋塞处于关闭状态;将硝酸银乙醇溶液装

入分液漏斗中,将连着分液漏斗的真空抽滤瓶置于磁力搅拌器上,打开真空泵,抽真空,打开磁力搅拌器,打开分液漏斗旋塞,让分液漏斗中的硝酸银乙醇溶液滴下,在真空状态下混合,在硝酸银快要滴加完成时,迅速完全打开分液漏斗旋塞,让空气完全进入,在空气的压力下,让硝酸银充分进入埃洛石管内,继续搅拌 3h,固液分离,真空 80℃烘干;将烘干得到的产品置于真空管式炉中,抽真空并以 25℃ /min 的加热速度加热至 550℃,煅烧 4h 后,停止加热,冷却至室温,停止抽真空,即得到一种埃洛石负载纳米银抗菌材料。