

(19) 中华人民共和国国家知识产权局



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102528073 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 04

(21) 申请号 201210035091. 3

(22) 申请日 2012. 02. 16

(71) 申请人 四川大学

地址 610065 四川省成都市武侯区一环路南  
一段 24 号

(72) 发明人 汪亦伟 谢璐 廖立

(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

一种非铁磁性镍粉及其制备方法

### (57) 摘要

本发明提供了一种镍粉及其制备方法, 该金属镍粉末具有非铁磁性, 且该金属镍粉末是由一种简单的液相还原法制备的。本发明将镍盐溶液和表面活性剂在反应容器中混合均匀, 搅拌条件下加入强碱溶液生成苹果绿色的氢氧化镍沉淀; 搅拌下将反应容器置于恒温型加热保温套或水浴加热恒温槽内加热, 升至反应温度后, 加入还原剂, 控制反应温度进行反应; 待反应完全后, 保温半小时, 将反应液倒出, 过滤, 洗涤, 干燥, 得到产品。本发明可为硬质合金行业、无磁模具行业提升产品品质提供了材料支撑。

1. 一种非铁磁性镍粉及制备方法,其特征在于:将一定浓度的镍盐溶液和表面活性剂在反应容器中混合均匀,搅拌条件下加入一定浓度的强碱溶液生成苹果绿色的氢氧化镍沉淀;搅拌下将反应容器置于恒温型加热保温套或水浴加热恒温槽内加热,升至反应温度后,加入还原剂,控制反应温度进行反应;待反应完全后,保温半小时,将反应液倒出,过滤,洗涤,干燥,得到产品。

2. 按照权利要求 1 所述的一种非铁磁性镍粉及制备方法,其特征在于所述的镍盐为硫酸镍、醋酸镍、硝酸镍、氯化镍、草酸镍、氟化镍、溴化镍、甲酸镍中至少一种,其溶液浓度范围为  $0.01 \sim 2 \text{ mol/L}$ 。

3. 按照权利要求 1 所述的一种非铁磁性镍粉及制备方法,其特征在于表面活性剂为烷基多苷 (APG)、葡糖酰胺 (APA)、醇醚羧酸盐 (AEC)、酰胺醚羧酸盐 (AAEC)、聚乙烯吡咯烷酮 (PVP)、吐温系列、司盘系列中的至少一种,其浓度范围为  $0.01 \sim 1 \text{ mol/L}$ 。

4. 按照权利要求 1 所述的一种非铁磁性镍粉及制备方法,其特征在于强碱为氢氧化钠、氢氧化钾中的至少一种,其溶液浓度范围为  $0.1 \sim 5 \text{ mol/L}$ 。

5. 按照权利要求 1 所述的一种非铁磁性镍粉及制备方法,其特征在于还原剂为水合联氨(水合肼)、次亚磷酸钠溶液中的至少一种,还原剂是通过连续滴加的方式加入,其浓度为  $0.1 \sim 3 \text{ mol/L}$ 。

6. 按照权利要求 1 所述的一种非铁磁性镍粉及制备方法,其特征在于反应温度范围为  $60 \sim 100^\circ\text{C}$ 。

## 一种非铁磁性镍粉及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种非铁磁性镍粉及其制备方法,属于金属粉末材料领域。

### 背景技术

[0002] 金属镍主要用来制造不锈钢和其他抗腐蚀合金,如镍钢、镍铬钢及各种有色金属合金,也作加氢催化剂和用于陶瓷制品、特种化学器皿、电子线路、玻璃着绿色以及镍化合物制备等等。通常来说,金属镍是一种在常温下具有铁磁性的典型金属。铁磁性是指物质中相邻原子或离子的磁矩由于它们的相互作用而在某些区域中大致按同一方向排列,当所施加的磁场强度增大时,这些区域的合磁矩定向排列程度会随之增加到某一极限值的现象;而简单形象点说,过渡族金属(如铁)及它们的合金和化合物所具有的磁性就叫做铁磁性。

[0003] 当物质颗粒减小到纳米尺度时,构成物质粒子的是由为数不多的原子、分子结合而成的原子团、分子团,以至原子数目达到几万人的超微粒子壳层结构。正是这一尺度下的粒子结构决定了其具有特殊的小尺寸效应、表面效应、量子尺寸效应及宏观量子隧道效应,从而表现出一些特殊的性质。研究中发现,当镍粉的粒径小到一定程度时,其铁磁性完全消失,成为非铁磁性粉末。

[0004] 本发明提供的一种非铁磁性镍粉及制备方法,为硬质合金行业、无磁模具行业提升产品品质提供材料支撑。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种生产制备工艺简单的非铁磁性镍粉及其制备方法。

[0006] 本发明涉及一种金属镍粉末,其特征在于该金属镍粉末具有非铁磁性,且上金属镍粉末是由一种简单的液相还原法制备的。

[0007] 本发明的技术方案包括以下工艺步骤:

① 将一定浓度的镍盐溶液和表面活性剂在反应容器中混合均匀,搅拌条件下加入一定浓度的强碱溶液生成苹果绿色的氢氧化镍沉淀;

② 搅拌下将反应容器置于恒温型加热保温套或水浴加热恒温槽内加热,升至反应温度后,加入还原剂,控制反应温度进行反应;

③ 待反应完全后,保温半小时,将反应液倒出,过滤,洗涤,干燥,得到产品。

[0008] 上述非铁磁性镍粉的制备工艺中的镍盐为硫酸镍、醋酸镍、硝酸镍、氯化镍、草酸镍、氟化镍、溴化镍、甲酸镍中至少一种,其溶液浓度范围为  $0.01 \sim 2 \text{ mol/L}$ ;

上述非铁磁性镍粉的制备工艺中的表面活性剂为烷基多苷(APG)、葡糖酰胺(APA)、醇醚羧酸盐(AEC)、酰胺醚羧酸盐(AAEC)、聚乙烯吡咯烷酮(PVP)、吐温系列、司盘系列中的至少一种,其浓度范围为  $0.01 \sim 1 \text{ mol/L}$ ;

上述非铁磁性镍粉的制备工艺中的强碱为氢氧化钠、氢氧化钾中的至少一种,其溶液浓度范围为  $0.1 \sim 5 \text{ mol/L}$ ;

上述非铁磁性镍粉的制备工艺中的还原剂为水合联氨(水合肼)、次亚磷酸钠溶液中的至少一种,还原剂是通过连续滴加的方式加入,其浓度为  $0.1\sim 3\text{mol/L}$ ;

上述非铁磁性镍粉的制备工艺中的反应温度范围为  $60\sim 100^\circ\text{C}$ 。

[0009]

### 具体实施方式

[0010] 实施例 1:

在四颈瓶中将 5.2 克六水合硫酸镍和 1mL 吐温 80 溶于 100mL 水,搅拌条件下加入  $1\text{mol/L}$  的氢氧化钠溶液 10mL,生成苹果绿色的氢氧化镍沉淀;将四颈瓶置于  $90^\circ\text{C}$  水浴加热恒温槽内加热,待四颈瓶中溶液温度达到  $80^\circ\text{C}$  后,通过连续滴加的方式加入 5mL 水合联氨,引发反应;待反应完全后,保温半小时,将反应液倒出,过滤,洗涤,干燥,得到非铁磁性镍粉。

[0011] 实施例 2:

在四颈瓶中将 4.8 克六水合氯化镍和 1mL 吐温 80 溶于 100mL 水,搅拌条件下加入  $1\text{mol/L}$  的氢氧化钾溶液 10mL,生成苹果绿色的氢氧化镍沉淀;将四颈瓶置于  $95^\circ\text{C}$  水浴加热恒温槽内加热,待四颈瓶中溶液温度达到  $85^\circ\text{C}$  后,通过连续滴加的方式加入 5mL 水合联氨,引发反应;待反应完全后,保温半小时,将反应液倒出,过滤,洗涤,干燥,得到非铁磁性镍粉。

[0012] 实施例 3:

在四颈瓶中将 5.2 克六水合硫酸镍和 1.5mL 司盘 40 溶于 100mL 水,搅拌条件下加入  $1\text{mol/L}$  的氢氧化钠溶液 10mL,生成苹果绿色的氢氧化镍沉淀;将四颈瓶置于  $90^\circ\text{C}$  水浴加热恒温槽内加热,待四颈瓶中溶液温度达到  $80^\circ\text{C}$  后,通过连续滴加的方式加入 5mL 水合联氨,引发反应;待反应完全后,保温半小时,将反应液倒出,过滤,洗涤,干燥,得到非铁磁性镍粉。

[0013] 实施例 4:

在四颈瓶中将 5.2 克六水合硫酸镍和 0.5 克 PVP 溶于 100mL 水,搅拌条件下加入  $1\text{mol/L}$  的氢氧化钠溶液 10mL,生成苹果绿色的氢氧化镍沉淀;将四颈瓶置于  $90^\circ\text{C}$  水浴加热恒温槽内加热,待四颈瓶中溶液温度达到  $80^\circ\text{C}$  后,通过连续滴加的方式加入  $0.2\text{mol/L}$  的次亚磷酸钠溶液 5mL,引发反应;待反应完全后,保温半小时,将反应液倒出,过滤,洗涤,干燥,得到非铁磁性镍粉。

[0014] 实施例 5:

在四颈瓶中将 4.8 克六水合氯化镍和 0.5 克 PVP 溶于 100mL 水,搅拌条件下加入  $1\text{mol/L}$  的氢氧化钾溶液 10mL,生成苹果绿色的氢氧化镍沉淀;将四颈瓶置于  $95^\circ\text{C}$  水浴加热恒温槽内加热,待四颈瓶中溶液温度达到  $85^\circ\text{C}$  后,通过连续滴加的方式加入 5mL 水合联氨,引发反应;待反应完全后,保温半小时,将反应液倒出,过滤,洗涤,干燥,得到非铁磁性镍粉。