

(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 102145388 A

(43) 申请公布日 2011.08.10

(21) 申请号 201110073647.3

(22) 申请日 2011.03.25

(71) 申请人 中北大学

地址 030051 山西省太原市学院路3号

(72) 发明人 武志刚 王金霞 张政国 李延斌

(74) 专利代理机构 山西太原科卫专利事务所

14100

代理人 朱源

(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

一种室温下合成纳米镍粉的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种室温下合成纳米镍粉的方法,本发明属于纳米技术领域,涉及纳米镍粉的制备方法,克服现有技术存在的能耗高、污染严重、粒径大的问题。包括以下步骤:(1)将 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 加入到乙醇中,充分搅拌得到浓度为 $0.1 \sim 1.0 \text{ mol/L}$ 的溶液 A,将 $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 与 KOH 混合得到混合物 B,其中 $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}:\text{KOH}:\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的摩尔比 $=5 \sim 20:5 \sim 15:1$;(2)在搅拌条件下将溶液 A 与混合物 B 混合,反应后进行分离;(3)将粗产物用蒸馏水洗涤后再用丙酮清洗,干燥后即得成品纳米镍粉。本发明生产过程中无有害气体和废液污染物排放,安全环保,生产工艺简单,产品的纯度高、分散性好、粒径小。

1. 一种室温下合成纳米镍粉的方法,其特征是包括以下步骤:

(1)将 $\text{NiSO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ 加入到乙醇中,充分搅拌得到溶液 A,溶液 A 浓度为 $0.1 \sim 1.0 \text{mol/L}$,将 $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 与 KOH 混合,充分搅拌后得到混合物 B,其中 $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}:\text{KOH}:\text{NiSO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ 的摩尔比 $=5 \sim 20:5 \sim 15:1$;

(2)在搅拌条件下将溶液 A 与混合物 B 混合,室温下反应 $30 \sim 240 \text{min}$,然后按常规方法进行固液分离,得到粗产物;

(3)将粗产物用蒸馏水洗涤后再用丙酮清洗,干燥后即得成品纳米镍粉。

一种室温下合成纳米镍粉的方法

技术领域

[0001] 本发明属于纳米技术领域,涉及纳米镍粉的制备方法,具体涉及一种室温下合成纳米镍粉的方法。

背景技术

[0002] 纳米镍粉具有表面活性高、表面纯度高、比表面积大、磁性、无微孔渗透等独特的物理化学性能,在催化、磁记录材料、电池、导电浆料、固体润滑、硬质合金等方面具有广阔的应用前景,其制备方法的研究受到国内外专家学者的极大关注。

[0003] 目前纳米镍粉的制备方法主要有电解法、羰基镍热分解法、冷冻干燥法、蒸发冷凝法。但是这些制备方法均存在不同程度的缺陷,电解法制备的镍粉颗粒较大且难于控制粉体粒度;羰基镍热分解法所使用原料是剧毒物质,对人体伤害较大,而且对于生产设备的要求也很苛刻,并且容易造成严重的环境污染;冷冻干燥法和蒸发冷凝法存在耗能较大、生产成本较高的缺陷。

[0004] 为了克服现有技术存在的缺陷,提供一种新的制备纳米镍粉的方法。

发明内容

[0005] 本发明是为了克服现有合成纳米镍粉存在的能耗高、污染严重、镍粉颗粒大的问题,而提供了一种室温下合成纳米镍粉的方法。

[0006] 本发明是通过以下的技术方案实现的:

一种室温下合成纳米镍粉的方法,包括以下步骤:

(1)将 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 加入到乙醇中,充分搅拌得到溶液 A,溶液 A 浓度为 $0.1 \sim 1.0\text{mol/L}$,将 $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 与 KOH 混合,充分搅拌后得到混合物 B,其中 $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}:\text{KOH}:\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的摩尔比 $=5 \sim 20:5 \sim 15:1$;

(2)在搅拌条件下将溶液 A 与混合物 B 混合,室温下反应 $30 \sim 240\text{min}$,然后按常规方法进行固液分离,得到粗产物;

(3)将粗产物用蒸馏水洗涤后再用丙酮清洗,干燥后即得成品纳米镍粉。

[0007] 按照本发明方法制得的纳米镍粉呈黑色,无明显结块,粒径为 $30 \sim 100$ 纳米。

[0008] 与现有技术相比,本发明生产过程中无有害气体和废液污染物排放,安全环保,生产工艺简单,产品的纯度高、分散性好、粒径小。

具体实施方式

[0009] 实施例 1

(1)将 $3.33 \times 10^{-3}\text{mol}$ $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 加入到 30ml 乙醇中,充分搅拌后得到溶液 A,将 0.0625mol $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 与 0.0399mol 的 KOH 混合,进行充分搅拌后得到混合物 B;

(2)在搅拌条件下将溶液 A 与混合物 B 混合,室温下反应 100min ,然后按常规方法进行固液分离,得到粗产物;

(3)将粗产物用蒸馏水洗涤6次,再用丙酮清洗3次,于25℃干燥后即得成品纳米镍粉,平均粒径为40nm。

[0010] 实施例2

(1)将 $1.67 \times 10^{-3} \text{ mol NiSO}_4 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$ 加入到30ml乙醇中,充分搅拌后得到溶液A,将 $0.0334 \text{ mol N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 与 0.0250 mol 的KOH混合,进行充分搅拌后得到混合物B;

(2)在搅拌条件下将溶液A与混合物B混合,室温下反应30min,然后按常规方法进行固液分离,得到粗产物;

(3)将粗产物用蒸馏水洗涤4次,再用丙酮清洗3次,于24℃干燥后即得成品纳米镍粉,平均粒径为55nm。

[0011] 实施例3

(1)将 $0.0100 \text{ mol NiSO}_4 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$ 加入到30ml乙醇中,充分搅拌后得到溶液A,将 $0.05 \text{ mol N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 与 0.1384 mol 的KOH混合,进行充分搅拌后得到混合物B;

(2)在搅拌条件下将溶液A与混合物B混合,室温下反应150min,然后按常规方法进行固液分离,得到粗产物;

(3)将粗产物用蒸馏水洗涤6次,再用丙酮清洗4次,于23℃干燥后即得成品纳米镍粉,平均粒径为60nm。

[0012] 实施例4

(1)将 $3.33 \times 10^{-3} \text{ mol NiSO}_4 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$ 加入到30ml乙醇中,充分搅拌后得到溶液A,将 $0.0278 \text{ mol N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 与 0.0167 mol 的KOH混合,进行充分搅拌后得到混合物B;

(2)在搅拌条件下将溶液A与混合物B混合,室温下反应240min,然后按常规方法进行固液分离,得到粗产物;

(3)将粗产物用蒸馏水洗涤5次,再用丙酮清洗4次,于20℃干燥后即得成品纳米镍粉,平均粒径为30nm。

[0013] 实施例5

(1)将 $3.33 \times 10^{-3} \text{ mol NiSO}_4 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$ 加入到30ml乙醇中,充分搅拌后得到溶液A,将 $0.0555 \text{ mol N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 与 0.0328 mol 的KOH混合,进行充分搅拌后得到混合物B;

(2)在搅拌条件下将溶液A与混合物B混合,室温下反应240min,然后按常规方法进行固液分离,得到粗产物;

(3)将粗产物用蒸馏水洗涤5次,再用丙酮清洗3次,于22℃干燥后即得成品纳米镍粉,平均粒径为45nm。