



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103601208 B

(45) 授权公告日 2015. 11. 18

(21) 申请号 201310603617. 8

(22) 申请日 2013. 11. 25

(73) 专利权人 武汉大学

地址 430072 湖北省武汉市武昌区珞珈山武汉大学

(72) 发明人 袁良杰 崔东明 韩畅 裴炎炎

(74) 专利代理机构 武汉科皓知识产权代理事务所 (特殊普通合伙) 42222

代理人 汪俊锋

(51) Int. Cl.

C01B 35/10(2006. 01)

C01F 11/02(2006. 01)

B82Y 30/00(2011. 01)

(56) 对比文件

CN 1170696 A, 1998. 01. 21, 说明书第 5 页第 2 段.

CN 1252775 A, 2000. 05. 10, 说明书全文.

JP S56120513 A, 1981. 09. 21, 说明书全文.

SU 1144978 A1, 1985. 03. 15, 说明书全文.

SU 948882 A1, 1982. 08. 07, 说明书全文.

US 5869014 A, 1999. 02. 09, 说明书全文.

审查员 陈浮

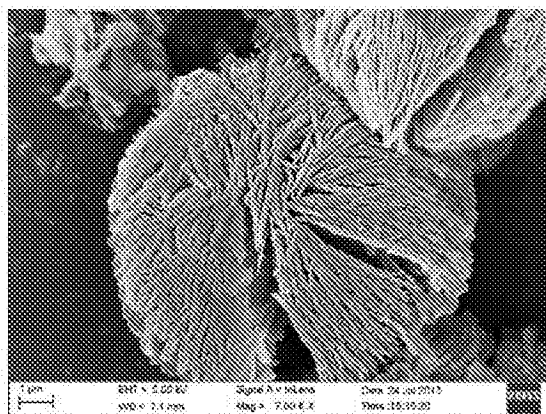
权利要求书1页 说明书2页 附图1页

(54) 发明名称

微纳结构硼钙复合氧化物的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种微纳结构硼钙复合氧化物的制备方法。先将水、硼酸分别加入到反应容器中溶解,待温度升到 30 ~ 80℃后,加入生石灰或熟石灰,紊流循环 60 ~ 240 分钟后,过滤分离;滤饼于 80 ~ 120℃干燥 1 ~ 10 小时,上述过程中,硼酸为生石灰的质量 3 ~ 3.5 倍,或为熟石灰质量的 1.5 ~ 2.5 倍。该方法制备出流动性好、高分散性的毛线团状硼钙复合氧化物纳米片团簇,一次粒子小于 100nm,团簇颗粒大小在 5 ~ 10 μm 间,该产品可用于聚合物的阻燃剂,无机复合材料增强、快速凝固剂。



1. 一种微纳结构硼钙复合氧化物的制备方法,其特征在于,先将水、硼酸分别加入到反应容器中溶解,待温度升到 $30 \sim 80^{\circ}\text{C}$ 后,加入生石灰或熟石灰,紊流循环 $60 \sim 240$ 分钟后,过滤分离;滤饼于 $80 \sim 120^{\circ}\text{C}$ 干燥 $1 \sim 10$ 小时,上述过程中,硼酸为生石灰质量的 $3 \sim 3.5$ 倍,或为熟石灰质量的 $1.5 \sim 2.5$ 倍。

2. 如权利要求1所述的制备方法,其特征在于:水的质量为硼酸质量的 $1.2 \sim 2.0$ 倍。

3. 如权利要求1或2所述的制备方法,其特征在于:所制得硼钙复合氧化物纳米团簇,一次粒子厚度方向小于 $100\text{nm}$ ,团簇颗粒大小在 $5 \sim 10 \mu\text{m}$ 间。

## 微纳结构硼钙复合氧化物的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种具有微纳结构的硼钙复合氧化物的制备方法,属于无机材料技术领域。

### 背景技术

[0002] 硼钙复合氧化物广泛用于制药、建筑涂料、颜料、陶瓷、玻璃、造纸、橡胶和塑料等工业品加工、生产中。

[0003] 微纳米结构硼钙复合氧化物因其高效的分散性和流动性,能更好地提高复合材料的加工性能,并能有效地提高材料的力学性能。

[0004] 本发明采用紊流循环技术一次性大批量合成具有微纳结构的硼钙复合氧化物纳米片状团簇(毛线团状),该产品可用作高聚物的阻燃剂、复合材料的增强、快速凝固剂。

### 发明内容

[0005] 本发明所要解决的技术问题在于提供一种具有微纳结构的硼钙  $\text{CaO} \cdot 1.5\text{B}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  复合氧化物的制备方法。该方法条件温和,工艺过程简单,所得产品流动性好、分散性好。

[0006] 本发明的技术方案是:

[0007] 先将水、硼酸分别加入到反应容器中溶解,待温度升到  $30 \sim 80^\circ\text{C}$  后,加入生石灰或熟石灰,紊流循环  $60 \sim 240$  分钟后,过滤分离;滤饼于  $80 \sim 120^\circ\text{C}$  干燥  $1 \sim 10$  小时,上述过程中,硼酸为生石灰的质量  $3 \sim 3.5$  倍,或为熟石灰质量的  $1.5 \sim 2.5$  倍。所用水的质量为硼酸质量的  $1.0 \sim 3.0$  倍。

[0008] 本发明方法制备出流动性好、高分散性的毛线团状硼钙复合氧化物纳米团簇,一次粒子小于  $100\text{nm}$ ,团簇颗粒大小在  $5 \sim 10 \mu\text{m}$  间,该产品可用于聚合物的阻燃剂,无机复合材料快速凝固剂。

### 附图说明

[0009] 图 1 实施例 1 所得到硼钙复合氧化物纳米团簇的 SEM 图。

### 具体实施方式

[0010] 实施例 1:

[0011] 分别量取 100 水和 80 克硼酸,加入到反应器中,边搅拌边升温到  $30^\circ\text{C}$ ,再加入 28 克生石灰,升温至  $80^\circ\text{C}$ ,紊流循环 200 分钟后,直接过滤,滤液回收直接用于下次制备用,滤饼直接于  $120^\circ\text{C}$  干燥 1 小时得到产品。

[0012] 实施例 2:

[0013] 分别量取 160 水和 80 克硼酸,加入到反应器中,边搅拌边升温到  $50^\circ\text{C}$ ,再加入 36 克熟石灰,升温至  $70^\circ\text{C}$ ,紊流循环 60 分钟后,直接过滤,滤液回收直接用于下次制备用,滤饼直接于  $100^\circ\text{C}$  干燥 3 小时得到产品。

[0014] 实施例 3：

[0015] 分别量取 200 水和 80 克硼酸,加入到反应器中,边搅拌边升温到 30℃,再加入 42 克熟石灰,升温至 40℃,紊流循环 240 分钟后,直接过滤,滤液回收直接用于下次制备用,滤饼直接于 80℃干燥 10 小时得到产品。

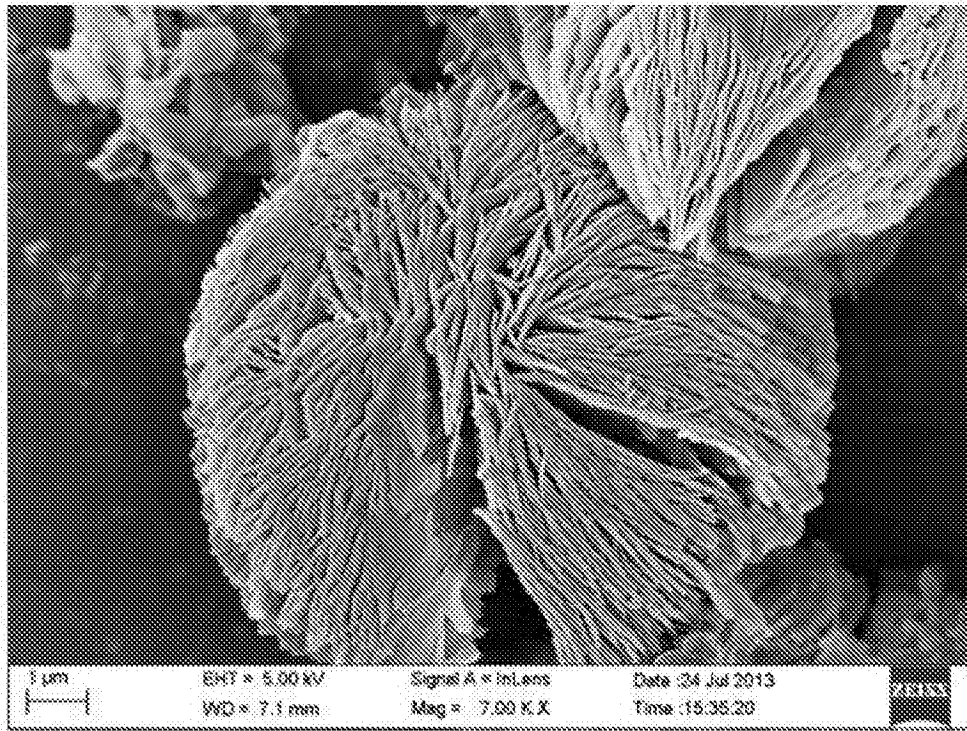


图 1