



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103420342 B

(45) 授权公告日 2015.06.03

(21) 申请号 201310332750.4

25-27 页.

(22) 申请日 2013.08.01

审查员 吕艳玲

(73) 专利权人 同济大学

地址 200092 上海市杨浦区四平路 1239 号

(72) 发明人 李咏梅 王婕

(74) 专利代理机构 上海德昭知识产权代理有限公司

公司 31204

代理人 陈龙梅

(51) Int. Cl.

C01B 15/043(2006.01)

B82Y 30/00(2011.01)

(56) 对比文件

CN 1370736 A, 2002.09.25, 全文.

CN 101613088 A, 2009.12.30, 全文.

谢云荣等. 氧化镁铵盐法制备高纯过氧化镁. 《盐业与化工》. 2012, 第 41 卷 (第 5 期), 第

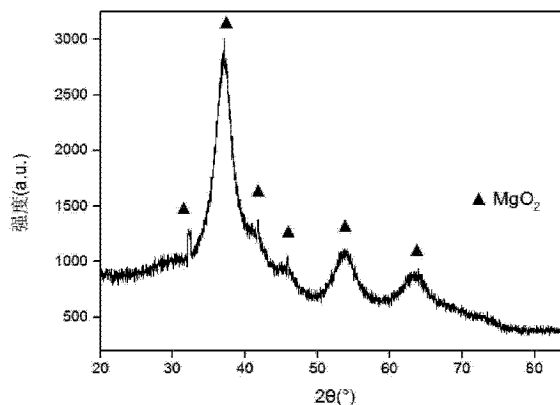
权利要求书1页 说明书2页 附图2页

(54) 发明名称

一种纳米过氧化镁的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种纳米过氧化镁的制备方法。先按质量比量取氧化镁：氯化铵：质量分数为 30% 的双氧水=1：(1.5-2.5)：(30-40)；将氧化镁溶于去离子水后研磨成质量分数为 3-4% 的氧化镁浆液，将氯化铵溶解到双氧水中后边搅拌边缓慢的加入到研磨好的氧化镁浆液中，在 500r/min 的持续搅拌下继续反应 3-4h 生成的白色沉淀混合液，抽滤后得湿滤饼，-80℃ 冷冻真空干燥，即得粒径为 20nm 左右，分散性好，纯度为 50% 以上的目标产物纳米过氧化镁粉末；本发明操作简单，适合大规模工业化生产。



1. 一种纳米过氧化镁的制备方法,其特征在于:

先按质量比量取氧化镁:氯化铵:双氧水=1:(1.5-2.5):(30-40);然后将氧化镁溶于去离子水后研磨成质量分数为3-4%的氧化镁浆液;将氯化铵加入到双氧水中,配置成双氧水-氯化铵混合液,接着一边搅拌一边缓慢的将双氧水-氯化铵混合液加入到研磨好的氧化镁浆液中,继续反应3-4h得到混合液,整个反应过程在500r/min的机械搅拌下进行,最后将混合液抽滤后得湿滤饼,湿滤饼在-80℃下冷冻真空干燥,即得目标产物纳米过氧化镁;

所述氧化镁为市售分析纯氧化镁;

所述氯化铵为市售分析纯氯化铵;

上述双氧水采用市售分析纯质量分数为30%的双氧水。

一种纳米过氧化镁的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种纳米过氧化镁的制备方法,属于化工合成方法技术领域。

背景技术

[0002] 过氧化镁,分子式为 MgO_2 ,是一种固体无机过氧化物。外观系白色粉末,无臭无味,不溶于水,易溶于稀酸。常温下比较稳定,加热或与潮湿的空气接触时会缓慢而稳定的释放出氧气,溶于酸后则产生过氧化氢。过氧化镁无毒,对环境无污染,因此在医学、纺织业、矿业、农业等诸多领域得到广泛应用。

[0003] 在环境保护领域,过氧化镁可作为释氧化合物应用于原位化学氧化,作为土壤、沉积物、地表水及地下水污染修复的一种原料。国外应用过氧化镁进行环境修复比较成功的案例包括去除地表和地下水中的病毒及石油烃、苯、甲苯、二甲苯等有机化合物,治理公路排水污染,抑制浮游植物的生长以净化水源等等。相比过氧化钙、碳酸钠、高锰酸钾、双氧水等其它常用于原位化学氧化的无机物,过氧化镁具有更长的释氧时间,更小的 pH 值波动幅度和更高的单位质量释氧量。但由于合成用的原料成本较高,合成产品纯度较低(应用于环境修复的过氧化镁纯度一般在 20% 以下)等原因,过氧化镁并未得到广泛的应用。而纳米级的产品具有较高的比表面积和分散性,有利于提高反应速率,节约反应成本,因此,制备纳米级的过氧化镁可以更好地发挥产品特性,扩宽其应用领域。

[0004] 中国专利 CN1370736A 公布了一种过氧化镁的制备方法,是在稀过氧化氢溶液中,加入粉末状的氧化镁,同时加入有机磷酸及其盐作为稳定剂,反应后制得湿品过氧化镁,再通过干燥得到含量大于 30% 的过氧化镁粉末。中国专利 CN101613088A 公布了一种非乳化法制备过氧化镁的方法,以有机磷酸及其盐或无机磷酸及其盐作为稳定剂,以可溶性镁盐、过氧化氢溶液、碱为原料,在水溶液体系中,控制体系温度在 10-30℃ 下反应 2-10h,反应产物经过滤、洗涤、干燥得到含量大于 40% 的过氧化镁粉末。上述过氧化镁的制备方法中均未提及产品粒径问题,因此,有必要加强对纳米级过氧化镁制备方法的研究。

发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种纯度较高、粒径均匀、分散性好的纳米过氧化镁的制备方法。

[0006] 为了达到本发明的目的,本发明以氧化镁和质量浓度 30% 的双氧水为原料,通过湿式研磨得到粒度较小的氧化镁浆液,并以氯化铵为缓冲盐,缓解溶液在反应过程中的 pH 波动,最后通过抽滤,冷冻干燥等过程,得到目标产物。

[0007] 具体步骤如下:

[0008] 先按质量比量取氧化镁:氯化铵:双氧水 = 1 : (1.5-2.5) : (30-40);然后将氧化镁溶于去离子水后研磨成质量分数为 3-4% 的氧化镁浆液;将氯化铵加入到双氧水中,配置成双氧水-氯化铵混合液,接着一边搅拌一边缓慢的将双氧水-氯化铵混合液加入到研磨好的氧化镁浆液中,继续反应 3-4h,整个反应过程在 500r/min 的机械搅拌下进行,得到混合

液；最后将反应混合液抽滤后得湿滤饼，湿滤饼在 -80°C 下冷冻真空干燥，即得粒径在 20nm 左右，分散性良好，纯度为 50% 以上的目标产物纳米过氧化镁粉末；

[0009] 上述双氧水采用为市售分析纯质量分数为 30% 的双氧水。

[0010] 所述氧化镁为市售分析纯氧化镁。

[0011] 所述氯化铵为市售分析纯氯化铵。

[0012] 本发明制备纳米过氧化镁的优点是：

[0013] 制备原料成本较低，操作简单，所得纳米过氧化镁粒径均匀，分散性好，纯度达 50% 以上。

附图说明

[0014] 图 1 为实施例 1 所制备纳米过氧化镁的 XRD 图谱；

[0015] 图 2 为实施例 2 所制备纳米过氧化镁的 XRD 图谱；

[0016] 图 3 为实施例 1 所制备纳米过氧化镁的 SEM 图谱；

[0017] 图 4 为实施例 2 所制备纳米过氧化镁的 SEM 图谱。

具体实施方式

[0018] 实施例 1

[0019] 准确称取市售分析纯氧化镁 0.5g，于 250ml 烧杯中，加入 15ml 去离子水，溶解后研磨 1h 左右，得到质量百分比 3.2% 左右的氧化镁浆液。称取市售分析纯氯化铵 1g 溶于市售分析纯质量分数为 30% 左右的双氧水 15ml 中，完全混合后边搅拌边缓慢的加入到研磨好的氧化镁浆液中，并在 500r/min 的机械搅拌下继续反应 3.5h，得到白色的混合液，抽滤后于 -80°C 冷冻真空干燥。即得目标产物纳米过氧化镁粉末。

[0020] 经过 X 射线衍射仪测试得到图 1 为本发明实施例 1 制备的纳米过氧化镁的 XRD 图谱，经与标准卡比对，显示所制备物质即为过氧化镁，纯度为 54%。其中含有少量氧化镁和氢氧化镁。

[0021] 如图 3 所示，为本发明实施例 1 所制备纳米过氧化镁的 SEM 图谱，从图中可见，颗粒呈球状，尺寸比较均匀，粒径分布在 20nm 左右，分散性良好。

[0022] 实施例 2

[0023] 准确称取市售分析纯氧化镁 1g，于 250ml 烧杯中，加入 25ml 去离子水，溶解后研磨 1.5h，得到质量百分比 3.8% 左右的氧化镁浆液。准确称取市售分析纯氯化铵 2g 溶于市售分析纯质量分数为 30% 左右的双氧水 35ml 中，并在 500r/min 的机械搅拌下继续反应 4h，得到白色的混合液，抽滤后于 -80°C 冷冻真空干燥。即得目标产物纳米过氧化镁粉末。

[0024] 经过 X 射线衍射仪测试得到图 2 为本发明实施例 2 制备的纳米过氧化镁的 XRD 图谱，经与标准卡比对，显示所制备物质即为过氧化镁，纯度为 52%。含有少量氧化镁和氢氧化镁。

[0025] 如图 4 所示，为本发明实施例 2 所制备纳米过氧化镁的 SEM 图谱，从图中可见，颗粒呈球状，尺寸比较均匀，粒径分布在 20nm 左右，分散性良好。

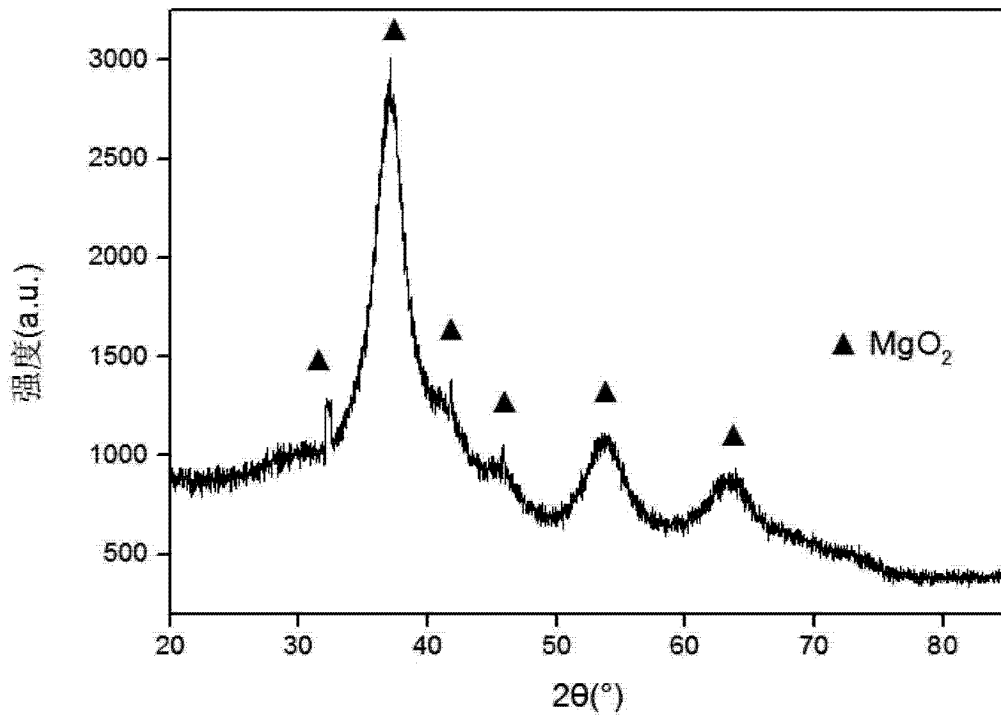


图 1

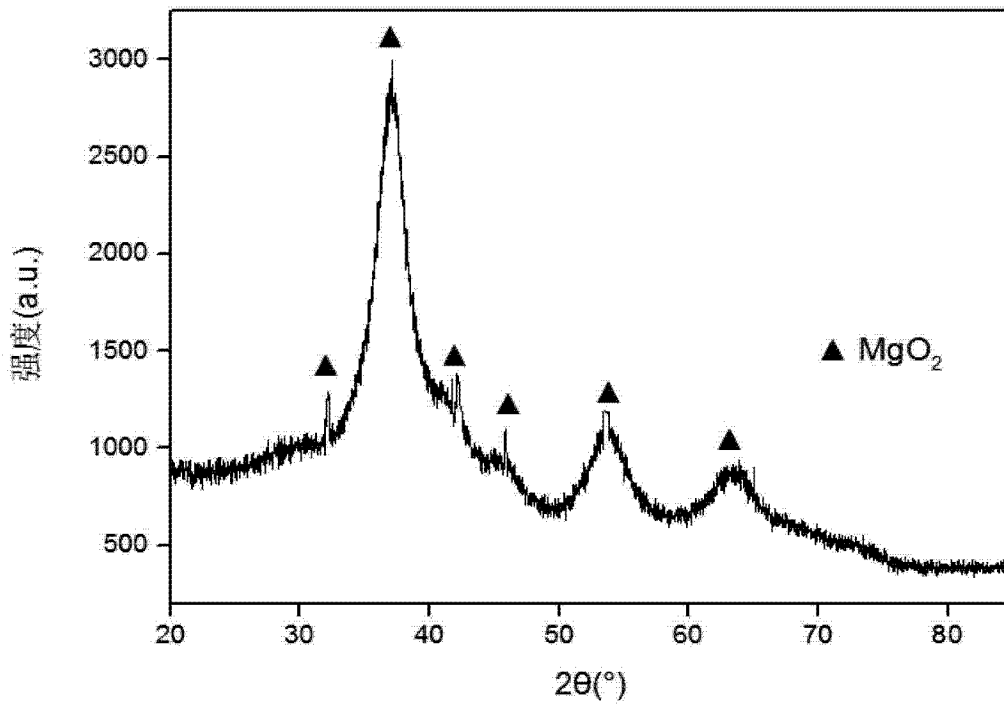


图 2

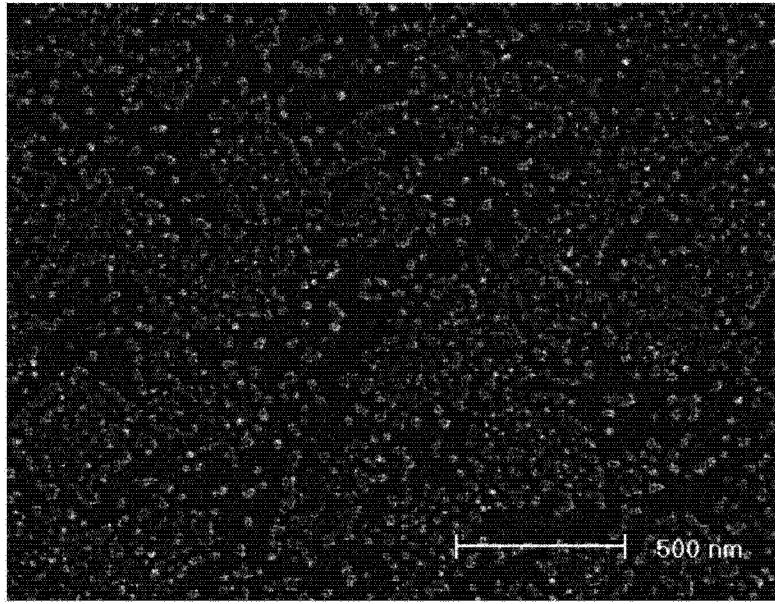


图 3

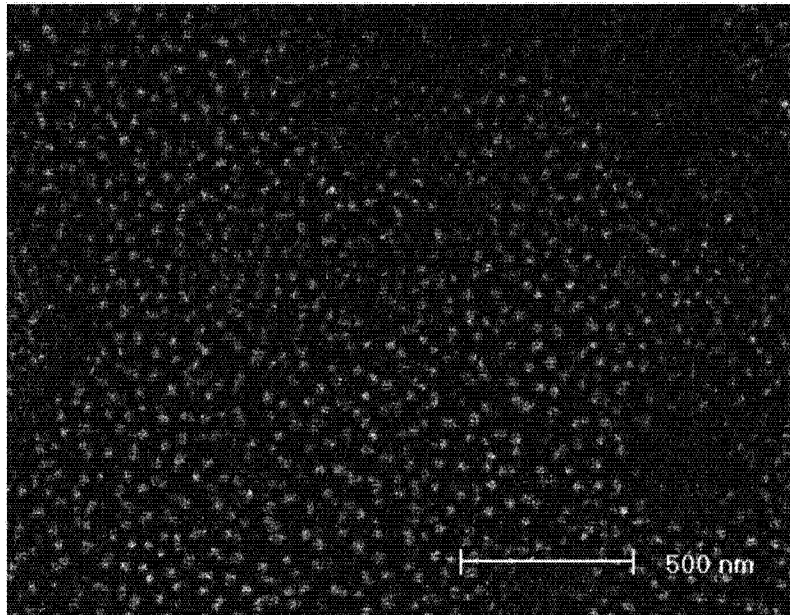


图 4