



1. 高比表面积超细钚粉的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 高纯钚用王水溶解成氯钚酸溶液,得到的溶液为第一溶液;

(2) 称取聚乙烯吡咯烷酮用去离子水溶解成聚乙烯吡咯烷酮水溶液,待用;在第一溶液种加入碱溶液调整体系为PH=9~12,然后加入溶解好的聚乙烯吡咯烷酮水溶液搅拌均匀,得到的溶液为第二溶液,并且控制第二溶液的温度;

(3) 将还原剂用去离子水溶解稀释,得到的溶液为第三溶液,将第三溶液缓慢加入第二溶液进行还原,加入完毕后,继续搅拌30分钟,得到超细钚粉浆液;

(4) 待超细钚粉浆液澄清后,吸取上层清液,加入去离子水洗涤,反复洗涤至电导率<20us/cm,并真空烘干,即得到的产物为超细钚粉。

2. 根据权利要求1所述的高比表面积超细钚粉的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中是将高纯钚用王水溶解成氯钚酸溶液,加入去离子水调整溶液浓度,以单质钚计算溶液浓度为2.0%~4.0%。

3. 根据权利要求1所述的高比表面积超细钚粉的制备方法,其特征在于:所述步骤(2)中聚乙烯吡咯烷酮的用量为高纯钚的质量份的0.1%~0.5%。

4. 根据权利要求1所述的高比表面积超细钚粉的制备方法,其特征在于:所述步骤(2)中的碱溶液为无水碳酸钠或氢氧化钠。

5. 根据权利要求1所述的高比表面积超细钚粉的制备方法,其特征在于:所述步骤(2)中控制第二溶液的温度为30~50℃。

6. 根据权利要求1所述的高比表面积超细钚粉的制备方法,其特征在于:所述步骤(3)中选用的还原剂为水合肼、葡萄糖。

7. 根据权利要求1所述的高比表面积超细钚粉的制备方法,其特征在于:所述步骤(3)中将第三溶液缓慢加入第二溶液的加入过程时间为1~3min。

8. 根据权利要求1所述的高比表面积超细钚粉的制备方法,其特征在于:所述步骤(4)中洗涤方式为打浆洗涤。

9. 根据权利要求1所述的高比表面积超细钚粉的制备方法,其特征在于:所述步骤(4)中真空烘干为在80℃的真空条件下烘干36~42h。

10. 根据权利要求1所述的高比表面积超细钚粉的制备方法制得的高比表面积超细钚粉。

## 高比表面积超细钼粉及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于高分子化合物技术领域,涉及高比表面积超细钼粉及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 超细钼粉是一种化工原料,由于生产方式不同,产品质量也各有差异,制造成本有昂贵有低廉,对环境产生的影响也不尽相同。国内电子行业发展较晚,对电子材料的研究也落后国外十几年,尤其是对钼粉的研究报道很少,生产钼粉的技术也比较落后,国内钼粉的来源主要依靠进口。

[0003] 随着电子信息行业的发展,金属掺合性聚合物导电浆料得到了迅猛发展,超细钼粉在金属掺合性聚合物导电浆料在提高浆料的抗旱料侵蚀能力以及防止银离子迁移中的卓越表现,使得工业生产中钼粉的性能要求越来越高。其中由于高比表面积超细钼粉超强的表面活性、吸附性以及其优良的电性能,在工业上被大量作为氢净化材料、厚膜浆料的导电相、催化剂,汽车尾气净化材料等来应用。现有技术中已有一些对于超细钼粉的制备方法,但是对于钼粉比表面积提升的制备方法研究还比较少。

### 发明内容

[0004] 有鉴于此,本发明的主要目的在于提供高比表面积超细钼粉及其制备方法。

[0005] 为达到上述目的,本发明的技术方案是这样实现的:

高比表面积超细钼粉的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 高纯钼用王水溶解成氯钼酸溶液,得到的溶液为第一溶液;

(2) 称取聚乙烯吡咯烷酮用去离子水溶解成聚乙烯吡咯烷酮水溶液,待用;在第一溶液种加入碱溶液调整体系为PH=9~12,然后加入溶解好的聚乙烯吡咯烷酮水溶液搅拌均匀,得到的溶液为第二溶液,并且控制第二溶液的温度;

(3) 将还原剂用去离子水溶解稀释,得到的溶液为第三溶液,将第三溶液缓慢加入第二溶液进行还原,加入完毕后,继续搅拌30分钟,得到超细钼粉浆液;

(4) 待超细钼粉浆液澄清后,吸取上层清液,加入去离子水洗涤,反复洗涤至电导率<20us/cm,并真空烘干,即得到的产物为超细钼粉。

[0006] 所述步骤(1)中是将高纯钼用王水溶解成氯钼酸溶液,加入去离子水调整溶液浓度,以单质钼计算溶液浓度为2.0%~4.0%。

[0007] 所述步骤(2)中聚乙烯吡咯烷酮的用量为高纯钼的质量份的0.1%~0.5%。

[0008] 所述步骤(2)中的碱溶液为无水碳酸钠或氢氧化钠。

[0009] 所述步骤(2)中控制第二溶液的温度为30~50℃。

[0010] 所述步骤(3)中选用的还原剂为水合肼、葡萄糖。

[0011] 所述步骤(3)中将第三溶液缓慢加入第二溶液的加入过程时间为1~3min。

[0012] 所述步骤(4)中洗涤方式为打浆洗涤。

[0013] 所述步骤(4)中真空烘干为在80℃的真空条件下烘干36~42h。

[0014] 所述的高比表面积超细钨粉的制备方法制得的高比表面积超细钨粉。

[0015] 与现有技术相比,本发明的有益效果:

1. 实验装置、试验条件和制备过程简单、操作简便,产物产量高,成本低廉,适于工业生产;

2. 可控性好,制备得到的超细钨粉比表面积为 $10\sim 80\text{m}^2/\text{g}$ ,比表面积高、吸附活性强,粒径为 $2\sim 5\mu\text{m}$ ,水分 $<0.5\%$ ;

3. 产品应用广泛,可作为氢净化材料、厚膜浆料的导电相、催化剂,汽车尾气净化材料。

[0016] 烘干后制备的超细钨粉比表面积为 $10\sim 80\text{m}^2/\text{g}$ ,粒径为 $2\sim 5\mu\text{m}$ . 水分 $<0.5\%$ 。

## 附图说明

[0017] 图1是本发明提供的高比表面积超细钨粉的SEM图。

## 具体实施方式

[0018] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合附图及实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

[0019] 本发明提供一种高比表面积超细钨粉的制备方法,包括以下步骤:

(1) 高纯钨用王水溶解成氯钨酸溶液,得到的溶液为第一溶液;

(2) 称取聚乙烯吡咯烷酮用去离子水溶解成聚乙烯吡咯烷酮水溶液,待用;在第一溶液种加入碱溶液调整体系为 $\text{PH}=9\sim 12$ ,然后加入溶解好的聚乙烯吡咯烷酮水溶液搅拌均匀,得到的溶液为第二溶液,并且控制第二溶液的温度;聚乙烯吡咯烷酮即PVP,主要起分散作用。

[0020] (3) 将还原剂用去离子水溶解稀释,得到的溶液为第三溶液,将第三溶液缓慢加入第二溶液进行还原,加入完毕后,继续搅拌30分钟,得到超细钨粉浆液;

(4) 待超细钨粉浆液澄清后,吸取上层清液,加入去离子水洗涤,反复洗涤至电导率 $<20\mu\text{s}/\text{cm}$ ,并真空烘干,即得到的产物为超细钨粉。

[0021] 所述步骤(1)中是将高纯钨用王水溶解成氯钨酸溶液,加入去离子水调整溶液浓度,以单质钨计算溶液浓度为 $2.0\%\sim 4.0\%$ 。使用王水的目的主要是溶解高纯钨,也可以直接使用成品氯钨酸溶液,不过较贵。

[0022] 所述步骤(2)中聚乙烯吡咯烷酮的用量为高纯钨的质量份的 $0.1\%\sim 0.5\%$ 。

[0023] 所述步骤(2)中的碱溶液为无水碳酸钠或氢氧化钠。

[0024] 所述步骤(2)中控制第二溶液的温度为 $30\sim 50^\circ\text{C}$ 。

[0025] 所述步骤(3)中选用的还原剂为水合肼、葡萄糖。

[0026] 所述步骤(3)中将第三溶液缓慢加入第二溶液的加入过程时间为 $1\sim 3\text{min}$ 。加入过快会在短时间内产生气体、热量发生危险;加入过慢生成的超细钨粉表面积不高。

[0027] 所述步骤(4)中洗涤方式为打浆洗涤。

[0028] 所述步骤(4)中真空烘干为在 $80^\circ\text{C}$ 的真空条件下烘干 $36\sim 42\text{h}$ 。

[0029] 所述的高比表面积超细钨粉的制备方法制得的高比表面积超细钨粉。

[0030] 实施例1

(1) 将50g高纯钯用480mL王水溶解成氯钯酸溶液,补加去离子水使总体积为2000ml,浓度为2.4%(以单质钯计算)。

[0031] (2) 称取0.1gPVP用去离子水溶解成0.1%的水溶液,待用。在(1)中加入150ml浓度为400g/L的氢氧化钠溶液调整体系为PH=11~12的碱性溶液,水浴,使得溶液温度为35~45℃,再加入溶解好的PVP溶液,搅拌均匀。

[0032] (3) 量取80%水合肼(质量浓度)溶液50ml,加入450ml去离子水进行稀释,在搅拌条件下将稀释好的水合肼溶液在3分钟内加入到上述(2)的溶液中进行还原,加料完毕后,继续搅拌30分钟。

[0033] (4) 待浆液澄清后,吸取上层清液,加入去离子水洗涤,反复洗涤11次,至电导率为12us/cm,真空烘干为80℃下38h,制备的超细钯粉比表面积为45.43m<sup>2</sup>/g,平均粒径为2.5um。

#### [0034] 实施例2

(1) 将50g高纯钯用480mL王水溶解成氯钯酸溶液,补加去离子水使总体积为2000ml,浓度为2.4%(以单质钯计算)。

[0035] (2) 称取0.2gPVP用去离子水溶解成0.2%的水溶液,待用。在(1)中加入250ml浓度为400g/L的无水碳酸钠溶液调整体系为PH=10~11,水浴,使得溶液温度为35~45℃,再加入溶解好的PVP溶液,搅拌均匀。

[0036] (3) 量取80%水合肼(质量浓度)溶液50ml,加入450ml去离子水进行稀释,在搅拌条件下将稀释好的水合肼溶液在3分钟内加入到上述(2)的溶液中进行还原,加料完毕后,继续搅拌30分钟。

[0037] (4) 待浆液澄清后,吸取上层清液,加入去离子水洗涤,反复洗涤15次至电导率为18s/cm,真空烘干为80℃下38h,制备的超细钯粉比表面积为75.8 m<sup>2</sup>/g,平均粒径为4.6um。

#### [0038] 实施例3

(1) 将25g高纯钯用250mL王水溶解成氯钯酸溶液,补加去离子水使总体积为1000ml,浓度为2.4%(以单质钯计算)

(2) 称取0.05gPVP用去离子水溶解成0.2%的水溶液,待用。在(1)中加入500ml浓度为400g/L的氢氧化钠溶液调整体系为PH=10~11,水浴,使得溶液温度为30~40℃。

[0039] (3) 称取50g分析纯葡萄糖,加500ml去离子水进行溶解,在搅拌条件下将溶解好的葡萄糖溶液在3分钟内加入到上述(2)的溶液中进行还原,加料完毕后,继续搅拌30分钟。待浆液澄清后,吸取上层清液,加入去离子水洗涤,反复洗涤15次至电导率为18s/cm,真空烘干为80℃下38h,制备的超细钯粉比表面积为25.3 m<sup>2</sup>/g,平均粒径为4.2um。

[0040] 以上所述,仅为本发明的较佳实施例而已,并非用于限定本发明的保护范围。

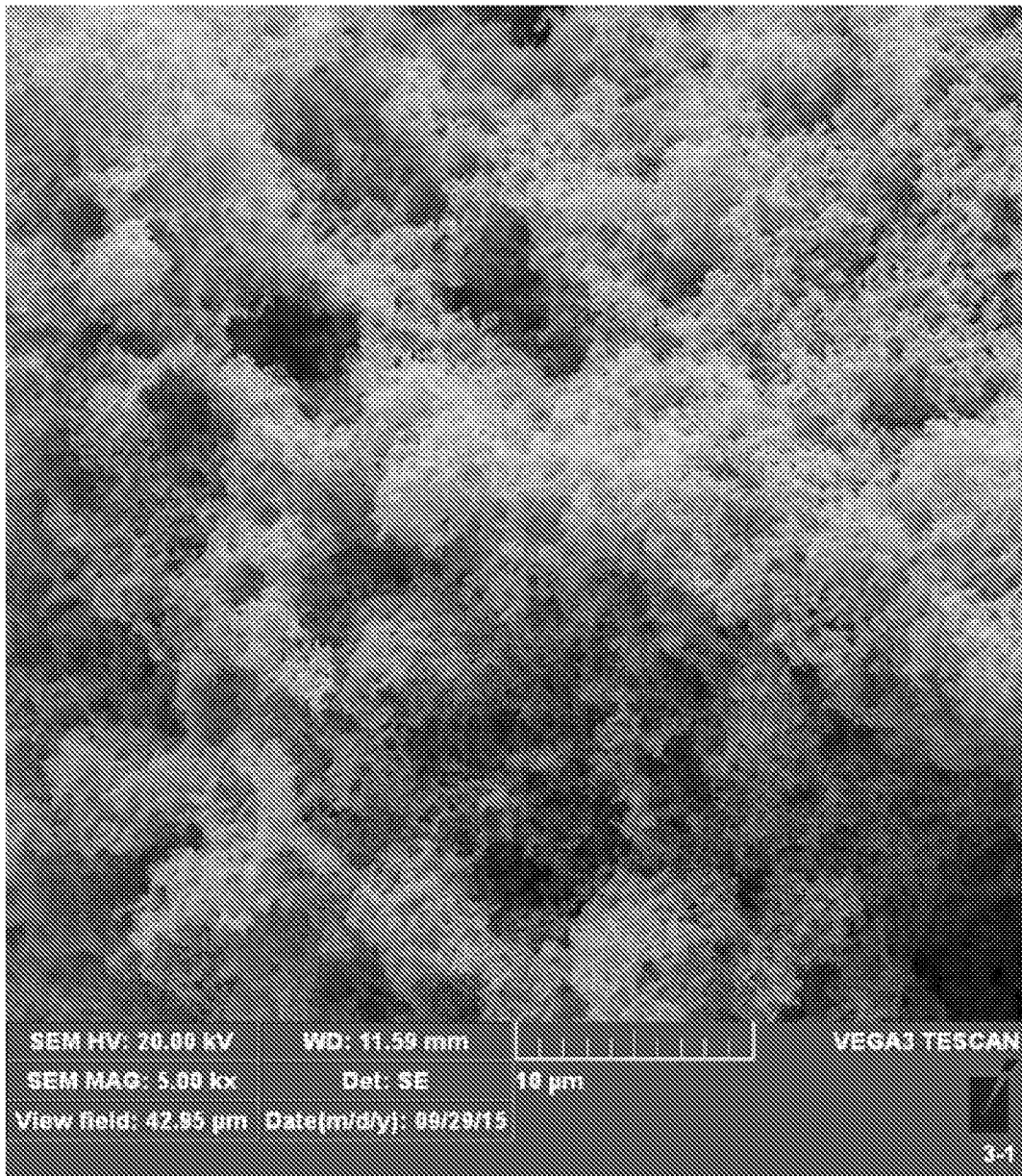


图1