



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107128943 B

(45)授权公告日 2019.05.21

(21)申请号 201710483668.X

(22)申请日 2017.06.23

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 107128943 A

(43)申请公布日 2017.09.05

(73)专利权人 齐鲁工业大学

地址 250353 山东省济南市长清区崮云湖
街道3501号

(72)发明人 赵萍 李卓辉 高敏 刘继发

庄会峰

(51)Int.Cl.

C01B 35/12(2006.01)

审查员 王智华

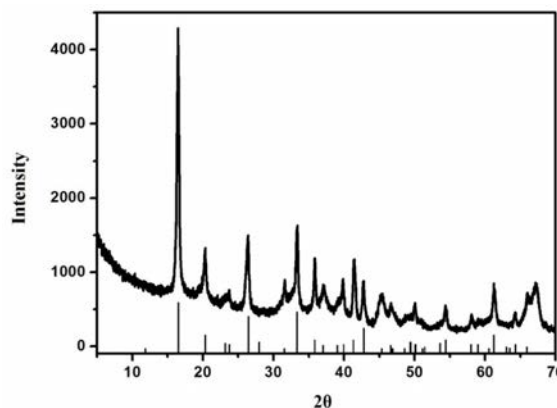
权利要求书1页 说明书2页 附图1页

(54)发明名称

一种利用溶胶—凝胶法合成制备硼酸铝粉体的方法

(57)摘要

本发明公开了一种利用溶胶—凝胶法合成制备硼酸铝粉体的方法,用于塑料、金属和陶瓷等的增补材料,属于化工材料技术领域。将一种非离子型表面活性剂(P123)溶解到无水乙醇中,通过滴加盐酸调节溶液pH;选硼酸作为硼源,将一定量的硼酸溶解到丙醇中。把溶解混合后的硼酸溶液加入到P123溶液里,充分搅拌,在空气中静置一段时间后,得到透明的混合溶液。然后将一定量的异丙醇铝加入到混合溶液中,在密闭环境下快速搅拌,获得透明的湿溶胶。将得到的湿溶胶在空气中老化一段时间后,置于干燥箱中干燥,使溶剂挥发,得到干凝胶。将得到的干凝胶在一定温度下煅烧,获得结晶度良好的硼酸铝粉。本发明得到的硼酸铝粉体纯度高、结晶度好,可用于塑料、金属和陶瓷等的增补材料,以提高其拉伸强度和机械强度。



1. 一种利用溶胶-凝胶法合成制备硼酸铝粉体的方法,其特征是,将1g非离子型表面活性剂P123溶解到8mL无水乙醇中配制I型溶液,通过滴加盐酸调节溶液的pH为4~5;选用硼酸作为硼源,将0.1~0.4g硼酸溶解到4~8mL丙醇中配制II型溶液;将混合均匀的II型溶液加入到I型溶液中,并用5mL无水乙醇冲洗,搅拌45min后,在空气中静置6~8h,得到透明的III型混合溶液;然后将1g异丙醇铝加入到III型混合溶液中,在密闭环境下搅拌12h,得到透明的湿溶胶;将得到的湿溶胶在空气中静置24h后,置于60℃的干燥箱中干燥12h,部分溶剂挥发,然后升温到80℃继续干燥12h,得到干凝胶;将得到的干凝胶在1000℃下煅烧3h,获得硼酸铝粉体。

一种利用溶胶—凝胶法合成制备硼酸铝粉体的方法

技术领域

[0001] 本发明属于化工材料技术领域,具体涉及一种利用溶胶—凝胶法合成制备硼酸铝粉体的方法。

背景技术

[0002] 硼酸铝性能稳定、机械性能优越、可适用性大。可作为塑料、金属和陶瓷等的增补材料,用于航空、航天、建材、汽车等领域。用作增强材料时,对磨具磨损小,对微小复杂的塑料制品的增强作用更明显,当达到30%(重量)含量时,机械强度可增加1倍以上,而拉伸性模量可增加两倍以上。用作轻金属的增补材料,拉伸强度可增加3倍以上。

[0003] 本发明以异丙醇铝为铝源,通过溶胶—凝胶法来制备硼酸铝粉体,使制备过程更简单。

[0004] 申请公布号CN1013233979A公开了溶胶前驱体制备纳米板状硼酸铝晶须的方法。溶胶前驱体制备纳米板(带)状硼酸铝晶须的方法,采用硼砂(含十个结晶水)和硝酸铝(含九个结晶水)作为原料,按一定的配比分别溶于一定量的去离子水中,在连续搅拌的情况下,控制反应温度,把硝酸铝溶液逐滴滴加到硼砂溶液中,反应一段时间后,开始抽滤。抽滤时分别用蒸馏水和甲醇洗涤数次,得到白色溶胶,干燥后即得到白色干凝胶即前驱体。将前驱体研磨成粉末状,然后置于瓷坩锅中,放入管式炉,在一定温度下煅烧,即可得板(带)状硼酸铝晶须。与其相比,本发明以异丙醇铝为原料,制备出块状硼酸铝粉体,且无需洗涤、空气中煅烧,操作简单,实验条件易满足。

发明内容

[0005] 本发明公开了一种利用溶胶—凝胶法合成制备硼酸铝粉体的方法,用于塑料、金属和陶瓷等的增补材料。具体操作步骤如下:

[0006] (1)将1g非离子型表面活性剂(P123)溶解到8mL无水乙醇中,通过盐酸调节溶液的pH为4~5,获得透明溶液I。

[0007] (2)选用硼酸作为硼源,将0.1~0.4g硼酸溶解到4~8mL丙醇中,获得透明溶液II。

[0008] (3)将溶液II加入到溶液I中得到混合溶液III,并用5mL无水乙醇冲洗,将混合溶液搅拌45min后,在空气中静置6~8h。

[0009] (4)将1g异丙醇铝加入到混合溶液III中,在密闭环境中搅拌12h后,在空气中静置24h。

[0010] (5)将静置后的溶液置于60℃干燥箱中干燥12h,然后升温至80℃继续干燥12小时。

[0011] (6)将干燥后的固体物质在1000℃下煅烧3h。

[0012] 本发明的显著特点:

[0013] (1)通过XRD图可以看出制备的硼酸铝纯度高,结晶度好。

[0014] (2)本发明采用溶胶—凝胶法制备出块状硼酸铝粉体,可用于塑料、金属和陶瓷等

的增补材料,以提高其拉伸强度和机械强度。

[0015] (3)本发明是在常温空气中进行反应,制备条件易满足,过程简单,易于操作,设备要求低,便于量产。

[0016] 附图说明:

[0017] 图1:本发明制备的块状硼酸铝粉体的X射线衍射图谱及标准谱线。

[0018] 具体实施方法:

[0019] 实施例1:

[0020] 将1g P123溶解到8mL无水乙醇中,通过盐酸调节溶液的pH为4~5,获得I型透明溶液,将0.1 g硼酸溶解到4mL丙醇中,获得II型透明溶液,将II型溶液加入到I型溶液中得到III型混合溶液,并用5mL无水乙醇冲洗,将混合溶液搅拌45min后,在空气中静置6~8h,然后把1g异丙醇铝加入III型混合溶液中,在密闭环境下搅拌12h后,在空气中静置24h,将静置后的溶液置于60℃干燥箱中干燥12h,然后升温至80℃继续干燥12小时,将干燥后的固体物质在1000℃下煅烧3h。

[0021] 实施例2:

[0022] 将1g P123溶解到8mL无水乙醇中,通过盐酸调节溶液的pH为4~5,获得I型透明溶液,将0.3 g硼酸溶解到4mL丙醇中,获得II型透明溶液,将II型溶液加入到I型溶液中得到III型混合溶液,并用5mL无水乙醇冲洗,将混合溶液搅拌45min后,在空气中静置6~8h,然后把1g异丙醇铝加入III型混合溶液中,在密闭环境中搅拌12h后,在空气中静置24h,将静置后的溶液置于60℃干燥箱中干燥12h,然后升温至80℃继续干燥12小时,将干燥后的固体物质在1000℃下煅烧3h。

[0023] 实施例3:

[0024] 将1g P123溶解到8mL无水乙醇中,通过盐酸调节溶液的pH为4~5,获得I型透明溶液,将0.4g硼酸溶解到6mL丙醇中,获得II型透明溶液,将II型溶液加入到I型溶液中得到III型混合溶液,并用5mL无水乙醇冲洗,将混合溶液搅拌45min后,在空气中静置6~8h,然后把1g异丙醇铝加入III型混合溶液中,在密闭环境中搅拌12h后,在空气中静置24h,将静置后的溶液置于60℃干燥箱中干燥12h,然后升温至80℃继续干燥12小时,将干燥后的固体物质在1000℃下煅烧3h。

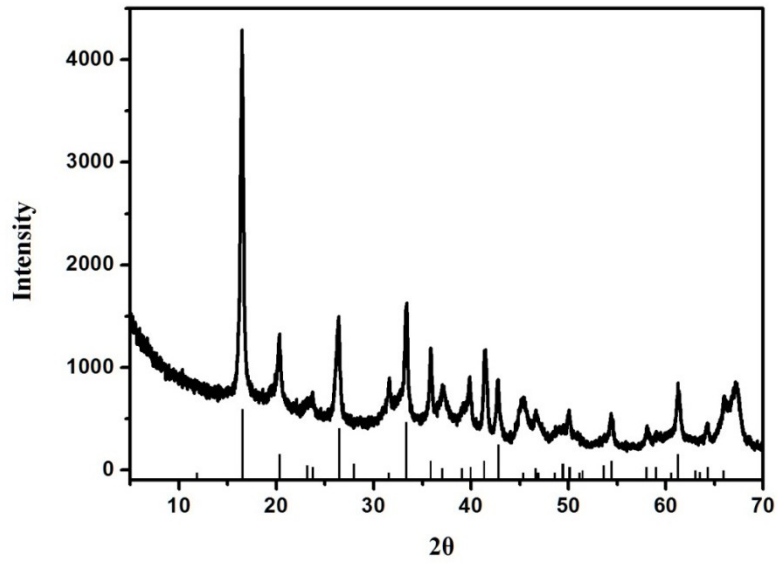


图1