



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110060830 B

(45) 授权公告日 2020.12.18

(21) 申请号 201910235984.4

(22) 申请日 2019.03.27

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 110060830 A

(43) 申请公布日 2019.07.26

(73) 专利权人 赣州富尔特电子股份有限公司
地址 341000 江西省赣州市赣州经济技术
开发区曼妮芬路5号

(72) 发明人 吴荣臻 韩臻

(74) 专利代理机构 深圳市兰锋盛世知识产权代
理有限公司 44504

代理人 罗炳锋

(51) Int. Cl.

H01F 1/01 (2006.01)

H01F 41/00 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 104028274 A, 2014.09.10

CN 104028274 A, 2014.09.10

CN 101560101 A, 2009.10.21

CN 108439484 A, 2018.08.24

CN 1198145 A, 1998.11.04

Purna K. Boruah 等. Magnetic Fe₃O₄@
V₂O₅/rGO nanocomposite as a recyclable
photocatalyst for dye molecules
degradation under direct sunlight
irradiation.《CHEMOSPHERE》.2017,

审查员 万琦萍

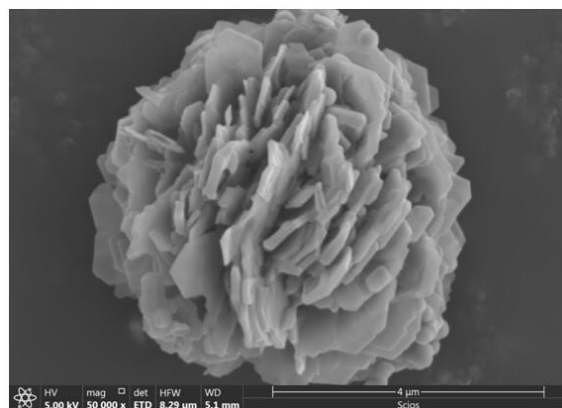
权利要求书1页 说明书8页 附图14页

(54) 发明名称

磁性纳米功能材料的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了磁性纳米功能材料的制备方法,该制备方法包括:(a)将三价铁盐水合物、金属盐(包括钒、钨的金属盐)和乙酸盐混合,得到混合物;(b)向混合物中添加多羟基化合物、搅拌、超声处理,得到混合溶液;(c)将混合溶液升温至160-180℃,并保温密闭反应8-10h;(d)将反应后的混合溶液磁性分离,收集沉淀物、洗涤、真空干燥,即得所述磁性纳米材料;本发明制备方法制备得到的磁性纳米功能材料具备优异的磁性能和吸附性能、催化性能等与负载金属种类相关的特性,而且制作成本较低;此外,该制备方法能够促进纳米材料的生长,提高产率,且操作简单,仅需一步反应,利于工业生产。



1. 磁性纳米功能材料的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

(a) 将三价铁盐水合物、金属盐和乙酸盐混合,得到混合物;所述三价铁盐水合物选自水合氯化铁、水合溴化铁、水合硝酸铁和水合硫酸铁中的任意一种;所述金属盐选自水合氯化钪、水合硝酸钪、醋酸钪、溴化钪、氯化钒、溴化钒中的任意一种;所述三价铁盐水合物与金属盐的摩尔比为10:(0.5-6);所述三价铁盐水合物与乙酸盐的摩尔比为1:(8-10);

(b) 向混合物中添加多羟基化合物、搅拌、超声处理,得到混合溶液;

(c) 将混合溶液升温至160-180℃,并保温密闭反应8-10h;

(d) 将反应后的混合溶液磁性分离,收集沉淀物、洗涤、真空干燥,即得所述磁性纳米功能材料。

2. 根据权利要求1所述磁性纳米功能材料的制备方法,其特征在于,所述混合溶液中三价铁盐水合物的浓度为0.05-0.083mol/L。

3. 根据权利要求1或2所述的磁性纳米功能材料的制备方法,其特征在于,所述乙酸盐选自乙酸钠或乙酸铵。

4. 根据权利要求1或2所述的磁性纳米功能材料的制备方法,其特征在于,所述多羟基化合物选自乙二醇、甘油和丙二醇中的任意一种或多种。

磁性纳米功能材料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及磁性纳米功能材料的制备及应用领域,具体涉及磁性纳米功能材料的制备方法。

背景技术

[0002] 纳米三氧化二钒对于脱氢和加氢反应具有十分优良的催化性能,作为钠离子电池的电极材料也有较大优势,并且由于其在160K时发生电阻率和磁性的突变,纳米三氧化二钒可以作为温度传感器元件。二氧化钒相变温度为68℃,相变迅速。二氧化钒所具有的导电特性让其在光器件、电子装置和光电设备中具有广泛的应用潜力。通过合成氧化钒-四氧化三铁@碳单质材料,相比于目前已有的纳米氧化钒材料,该材料在保有氧化钒性质的情况下增加了磁性四氧化三铁的性质,估计其在催化和电学材料领域具有较大的价值。

[0003] 纳米氧化钒作为一种稀土纳米材料在发光和超导领域应用广泛,通过制备三氧化二钒-四氧化三铁@碳单质材料,相比于目前已有的纳米氧化钒材料,该材料在保有氧化钒性质的情况下增加了磁性四氧化三铁的性质估计其在光学材料领域具有较大的价值。

发明内容

[0004] 为此本发明实施例目的提供磁性纳米功能材料的制备方法,以解决现有纳米材料磁性不足的问题,以期在温控电学元件以及催化剂发展中产生价值。

[0005] 为了实现上述目的,本发明的实施方式提供如下技术方案:

[0006] 磁性纳米功能材料的制备方法,包括如下步骤:

[0007] (a) 将三价铁盐水合物、金属盐(包括钒、钨的金属盐)和乙酸盐混合,得到混合物;

[0008] (b) 向混合物中添加多羟基化合物、搅拌、超声处理,得到混合溶液;

[0009] (c) 将混合溶液升温至160-180℃,并保温密闭反应8-10h;

[0010] (d) 将反应后的混合溶液磁性分离(磁铁吸引分离),收集沉淀物、洗涤、真空干燥,即得所述磁性纳米功能材料。

[0011] 在本发明的一个实施例中,所述三价铁盐水合物与金属盐的摩尔比为10:(0.5-6)。

[0012] 在本发明的一个实施例中,所述三价铁盐水合物与乙酸盐的摩尔比为1:(8-10)。

[0013] 在本发明的一个实施例中,所述混合溶液中三价铁盐水合物的浓度为0.05-0.083mol/L。

[0014] 本发明上述方法,通过选择三价铁盐水合物、三价钒盐、乙酸盐和多羟基化合物作为原料制备磁性钒铁复合纳米材料,不仅能够使得磁性钒铁复合纳米材料具备优异的磁性能,而且制作成本较低;此外,本发明通过反应条件的控制,能够促进纳米材料的生长,提高产率,并避免还原过度,降低产率;另外,上述制备方法操作简单,利于工业生产。

[0015] 其中,所述步骤(b)中,搅拌速度为360-600r/min;搅拌时间为25-35min;

[0016] 其中,所述步骤(b)中,超声处理采用的超声频率为45000-50000HZ;处理时间为

15-25min;本发明通过进行搅拌和超声处理,能够使得各原料充分混匀,利于提高各原料之间的充分反映,提高产率。

[0017] 其中,所述步骤(d)中,离心速度为8000-12000r/min,离心时间为5-10min;洗涤采用的洗涤剂为甲醇,洗涤次数为2-4次。本发明通过进行离心、洗涤处理,能够去除制备得到磁性钒铁复合纳米材料表面的溶剂等杂质,提高纯度;本发明中对各原料的用量不做严格限制。

[0018] 其中;所述三价铁盐水合物与三价钒盐的摩尔比为10:2。

[0019] 其中,所述三价铁盐水合物与所述乙酸盐的摩尔比为1:(8-10);其中,所述混合溶液中三价铁盐水合物的浓度为0.05-0.083mol/L;本发明通过对各原料用量的进一步限定,能够更好的提高制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的吸附性能和磁性能。

[0020] 在本发明的一个实施例中,所述三价铁盐水合物选自水合氯化铁、水合溴化铁、水合硝酸铁和水合硫酸铁中的任意一种。

[0021] 在本发明的一个实施例中,所述钒、钪金属盐选自水合氯化钒、水合硝酸钒、醋酸钒、溴化钒、氯化钒、溴化钒中的任意一种。

[0022] 在本发明的一个实施例中,所述乙酸盐选自乙酸钠或乙酸铵。

[0023] 在本发明的一个实施例中,所述多羟基化合物选自乙二醇、甘油和丙二醇中的任意一种或多种。

[0024] 在本发明的实施方式的第五方面中,提供了一种磁性钒铁复合纳米材料,所述磁性钒铁复合纳米材料采用上述制备方法制备得到。

[0025] 本发明磁性钒铁复合纳米材料具有较强的磁性能;此外,该磁性钒铁复合纳米材料能够在干燥条件下,采用氮气或氩气室温密封保存,或者采用甲醇或乙醇浸泡密封保存,无需低温冷藏,存储方便。

[0026] 其中,所述磁性钒铁复合纳米材料为花状结构,半径为4um左右;

[0027] 其中,所述磁性钒铁复合纳米材料中含有铁、钒、碳、氧的四种元素。

[0028] 在本发明的设计方案中,

[0029] (a)将三价铁盐水合物、三价钒盐和乙酸盐混合,得到混合物;

[0030] (b)向混合物中添加多羟基化合物、搅拌、超声处理,得到混合溶液;

[0031] (c)将混合溶液升温至160-180°C,并保温密闭反应8-10h;

[0032] (d)将反应后的混合溶液离心(或磁性分离),收集沉淀物、洗涤、真空干燥,即得所述磁性钒铁复合纳米材料。

[0033] 本发明上述方法,通过选择三价铁盐水合物、三价钒盐、乙酸盐和多羟基化合物作为原料制备磁性钒铁复合纳米材料,不仅能够使得磁性钒铁复合纳米材料具备优异的磁性能,而且制作成本较低;此外,本发明通过反应条件的控制,能够促进纳米材料的生长,提高产率,并避免还原过度,降低产率;另外,上述制备方法操作简单,利于工业生产。

[0034] 其中,所述步骤(b)中,搅拌速度为360-600r/min;搅拌时间为25-35min;

[0035] 其中,所述步骤(b)中,超声处理采用的超声频率为45000-50000HZ;处理时间为15-25min。

[0036] 本发明通过进行搅拌和超声处理,能够使得各原料充分混匀,利于提高各原料之间的充分反映,提高产率。

[0037] 其中,所述步骤(d)中,离心速度为8000-12000r/min,离心时间为5-10min;洗涤采用的洗涤剂为甲醇,洗涤次数为2-4次。本发明通过进行离心、洗涤处理,能够去除制备得到磁性钒铁复合纳米材料表面的溶剂等杂质,提高纯度。

[0038] 本发明中对各原料的用量不做严格限制,其中,所述三价铁盐水合物与三价钒盐的摩尔比为10:2。

[0039] 其中,所述三价铁盐水合物与所述乙酸盐的摩尔比为1:(8-10)。

[0040] 其中,所述混合溶液中三价铁盐水合物的浓度为0.05-0.083mol/L。

[0041] 本发明通过对各原料用量的进一步限定,能够更好的提高制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的吸附性能和磁性能。

[0042] 在本发明的设计方案中,所述三价铁盐水合物选自水合氯化铁、水合溴化铁、水合硝酸铁和水合硫酸铁中的任意一种。

[0043] 在本发明的又设计方案中,所述三价钒盐选自水合氯化钒、水合硝酸钒、醋酸钒和溴化钒中的任意一种。

[0044] 在本发明的设计方案中,所述乙酸盐选自乙酸钠或乙酸铵。

[0045] 在本发明的再一个实施例中,所述多羟基化合物选自乙二醇、甘油和丙二醇中的任意一种或多种。

[0046] 在本发明的设计方案的第二方面中,提供了一种磁性钒铁复合纳米材料,所述磁性钒铁复合纳米材料采用上述制备方法制备得到。

[0047] 本发明磁性钒铁复合纳米材料具有优异的磁性能,能够实现材料的快速回收;此外,该磁性钒铁复合纳米材料能够在干燥条件下,采用氮气或氩气室温密封保存,或者采用甲醇或乙醇浸泡密封保存,无需低温冷藏,存储方便。

[0048] 其中,所述磁性钒铁复合纳米材料为麻花状球形结构,半径为5um左右;

[0049] 其中,所述磁性钒铁复合纳米材料中含有铁、碳、氧的三种元素和少量的钒元素。

附图说明

[0050] 为了更清楚地说明本发明的实施方式或现有技术中的技术方案,下面将对实施方式或现有技术描述中所需要使用的附图作简单地介绍。显而易见地,下面描述中的附图仅仅是示例性的,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据提供的附图引伸获得其它的实施附图。

[0051] 图1为本发明实施例4制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的SEM图谱。

[0052] 图2为本发明实施例4制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的EDS图谱。

[0053] 图3为本发明实施例4制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的元素mapping图谱。

[0054] 图4为本发明实施例4制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的钒元素mapping图谱。

[0055] 图5为本发明实施例4制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的铁元素mapping图谱。

[0056] 图6为本发明实施例4制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的碳元素mapping图谱。

[0057] 图7为本发明实施例4制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的氧元素mapping图谱。

[0058] 图8为本发明实施例4制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的XPS图谱。

[0059] 图9为本发明实施例4制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的XPS局部放大图谱。

[0060] 图10为本发明实施例4制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的XPS局部放大图谱。

- [0061] 图11为本发明实施例4制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的XPS局部放大图谱。
- [0062] 图12为本发明实施例4制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的XPS局部放大图谱。
- [0063] 图13为本发明实施例4制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的热重分析曲线。
- [0064] 图14为本发明实施例7制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的SEM图谱。
- [0065] 图15为本发明实施例7制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的EDS图谱。
- [0066] 图16为本发明实施例7制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的元素mapping图谱。
- [0067] 图17为本发明实施例7制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的钒元素mapping图谱。
- [0068] 图18为本发明实施例7制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的铁元素mapping图谱。
- [0069] 图19为本发明实施例7制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的碳元素mapping图谱。
- [0070] 图20为本发明实施例7制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的氧元素mapping图谱。
- [0071] 图21为本发明实施例7制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的XPS图谱。
- [0072] 图22为本发明实施例7制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的XPS局部放大图谱。
- [0073] 图23为本发明实施例7制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的XPS局部放大图谱。
- [0074] 图24为本发明实施例7制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的XPS局部放大图谱。
- [0075] 图25为本发明实施例7制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的XPS局部放大图谱。
- [0076] 图26为本发明实施例7制备得到的磁性钒铁复合纳米材料的热重分析曲线。
- [0077] 根据本发明的实施方式,本发明具有如下优点:
- [0078] (1)本发明制备方法通过特定原料的选择能够使得磁性功能纳米材料具备优异的磁性性能以及特定的形貌结构,而且制作成本较低。
- [0079] (2)本发明制备方法通过对反应条件的控制,能够促进纳米材料的生长,提高产率;此外,该制备方法操作简单,仅需一步反应,利于工业生产。
- [0080] (3)本发明制备方法得到的材料均可在干燥条件下,采用氮气或氩气室温密封保存,或者采用甲醇或乙醇浸泡密封保存,或者真空包装袋保存,无需低温冷藏,存储方便。

具体实施方式

[0081] 以下由特定的具体实施例说明本发明的实施方式,熟悉此技术的人士可由本说明书所透露的内容轻易地了解本发明的其他优点及功效,显然,所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0082] 实施例1

[0083] 磁性纳米功能材料的制备方法,包括如下步骤:

- [0084] (a) 将三价铁盐水合物、金属盐(包括钒、钐的金属盐)和乙酸盐混合,得到混合物;
- [0085] (b) 向混合物中添加多羟基化合物、搅拌、超声处理,得到混合溶液;
- [0086] (c) 将混合溶液升温至160-180℃,并保温密闭反应8-10h;
- [0087] (d) 将反应后的混合溶液磁性分离(磁铁吸引分离),收集沉淀物、洗涤、真空干燥,即得所述磁性纳米功能材料。

[0088] 其中一种优选的实施例,三价铁盐水合物与金属盐的摩尔比为10:(0.5-6)。

[0089] 其中一种优选的实施例,三价铁盐水合物与乙酸盐的摩尔比为1:(8-10)。

[0090] 其中一种优选的实施例,混合溶液中三价铁盐水合物的浓度为0.05-0.083mol/L。

[0091] 其中一种优选的实施例,三价铁盐水合物选自水合氯化铁、水合溴化铁、水合硝酸铁和水合硫酸铁中的任意一种。

[0092] 其中一种优选的实施例,钒、钨金属盐选自水合氯化钒、水合硝酸钒、醋酸钒、溴化钒、氯化钒、溴化钒中的任意一种。

[0093] 其中一种优选的实施例,所述乙酸盐选自乙酸钠或乙酸铵。

[0094] 其中一种优选的实施例,多羟基化合物选自乙二醇、甘油和丙二醇中的任意一种或多种。

[0095] 实施例2

[0096] 本实施例为一种磁性钒铁复合纳米材料的制备方法,该制备方法包括如下步骤:

[0097] (a) 将水合氯化铁、溴化钒(III)和乙酸钠混合,得到混合物,其中,水合氯化铁与溴化钒(III)的摩尔比为10:2;水合氯化铁与乙酸钠的摩尔比为1:8;

[0098] (b) 向混合物中添加甘油,以600r/min搅拌25min,再以45000HZ超声波进行超声处理25min,得到混合溶液,其中,混合溶液中水合溴化铁的浓度为0.06mol/L;

[0099] (c) 将混合溶液升温至160℃,并保温密闭反应10h;

[0100] (d) 将反应后的混合溶液以8000r/min离心10min,收集沉淀物,向沉淀物种添加甲醇进行搅拌、离心、收集沉淀物,重复上述添加甲醇进行搅拌、离心、收集沉淀操作1次,将收集的沉淀物进行真空干燥,即得磁性钒铁复合纳米材料。材料磁性良好。

[0101] 称量上述得到的磁性钒铁复合纳米材料,并根据产率=磁性钒铁复合纳米材料质量/理论产物质量×100%计算产率,理论产物质量=加入的乙酸钠中甲基碳质量+理论四氧化三铁质量+理论钒氧化物质量。加入的乙酸钠中甲基碳质量=(乙酸钠质量/乙酸钠摩尔质量)×12;理论四氧化三铁质量=(水合铁盐质量/水合铁盐摩尔质量)÷3×四氧化三铁摩尔质量;理论钒氧化物质量=(钒盐质量/水合钒盐摩尔质量)÷2×三氧化二钒摩尔质量。结算产率结果为58.91%。

[0102] 实施例3

[0103] 本实施例为一种磁性钒铁复合纳米材料的制备方法,该制备方法包括如下步骤:

[0104] (a) 将水合溴化铁、氯化钒(III)和乙酸钠混合,得到混合物,其中,水合溴化铁与氯化钒(III)的摩尔比为10:2;水合溴化铁与乙酸钠的摩尔比为1:10;

[0105] (b) 向混合物中添加丙二醇,以360r/min搅拌25min,再以50000HZ超声波进行超声处理15min,得到混合溶液,其中,混合溶液中水合溴化铁的浓度为0.083mol/L;

[0106] (c) 将混合溶液升温至170℃,并保温密闭反应8h;

[0107] (d) 将反应后的混合溶液以12000r/min离心5min,收集沉淀物,向沉淀物种添加甲醇进行搅拌、离心、收集沉淀物,重复上述添加甲醇进行搅拌、离心、收集沉淀操作3次,将收集的沉淀物进行真空干燥,即得磁性钒铁复合纳米材料。材料磁性良好。

[0108] 称量上述得到的磁性钒铁复合纳米材料,并根据产率=磁性钒铁复合纳米材料质量/理论产物质量×100%计算产率,理论产物质量=加入的乙酸钠中甲基碳质量+理论四氧化三铁质量+理论钒氧化物质量。加入的乙酸钠中甲基碳质量=(乙酸钠质量/乙酸钠摩尔质量)×12;理论四氧化三铁质量=(水合铁盐质量/水合铁盐摩尔质量)÷3×四氧化三铁摩尔质量;理论钒氧化物质量=(钒盐质量/水合钒盐摩尔质量)÷2×三氧化二钒摩尔质量。结算产率结果为61.29%。

[0109] 实施例4

[0110] 本实施例为一种磁性钒铁复合纳米材料的制备方法,该制备方法包括如下步骤:

[0111] (a)将水合氯化铁、水合氯化钒(III)和乙酸钠混合,得到混合物,其中,水合氯化铁与水合氯化钒(III)的摩尔比为10:2;水合氯化铁与乙酸钠的摩尔比为1:9;

[0112] (b)向混合物中添加乙二醇,以500r/min搅拌30min,再以50000HZ超声波进行超声处理20min,得到混合溶液,其中,混合溶液中水合氯化铁的浓度为0.05mol/L;

[0113] (c)将混合溶液升温至180℃,并保温密闭反应9h;

[0114] (d)将反应后的混合溶液以10000r/min离心8min,收集沉淀物,向沉淀物中添加甲醇进行搅拌、离心、收集沉淀物,重复上述添加甲醇进行搅拌、离心、收集沉淀物操作2次,将收集的沉淀物进行真空干燥,即得磁性钒铁复合纳米材料。材料磁性良好。

[0115] 称量上述得到的磁性钒铁复合纳米材料,并根据产率=磁性钒铁复合纳米材料质量/理论产物质量×100%计算产率,理论产物质量=加入的乙酸钠中甲基碳质量+理论四氧化三铁质量+理论钒氧化物质量。加入的乙酸钠中甲基碳质量=(乙酸钠质量/乙酸钠摩尔质量)×12;理论四氧化三铁质量=(水合铁盐质量/水合铁盐摩尔质量)÷3×四氧化三铁摩尔质量;理论钒氧化物质量=(钒盐质量/水合钒盐摩尔质量)÷2×三氧化二钒摩尔质量。结算产率结果为75.27%。

[0116] 对上述制备得到的磁性钒铁复合纳米材料进行检测,分别获得磁性钒铁复合纳米材料的SEM图谱、EDS图谱、元素mapping图谱、TG热重分析和X射线光电子能谱XPS;

[0117] 其中,SEM图谱如图12所示,由图12可知,上述磁性钒铁复合纳米材料为花形结构,花形结构直径为3-5um。

[0118] EDS图谱如图13所示,由图13可知,上述磁性钒铁复合纳米材料包括氧、铁、钒、碳四种元素。

[0119] 元素mapping图谱如图14-18所示,由图14-图18可知,氧、铁、钒、碳四种元素均在纳米球体中均匀分布。

[0120] 光电子能谱XPS如图19-22所示,由图19-图22可知,材料中的铁元素存在形式为正二价和正三价两种价态(710 eV处峰值与725 eV左右的卫星峰),钒元素主要存在为三和四价(516.5eV、524eV和531eV左右处峰值),碳元素主要存在形式为零价(284.6eV处峰值),氧元素主要存在形式为负二价(530eV附近峰值),故可推断本材料为单质碳-四氧化三铁-氧化钒复合纳米材料。

[0121] 采用热重分析仪在氩气保护下对上述制备得到的磁性钒铁复合纳米材料进行热重分析,分析结果如图26所示,由图26可知,磁性钒铁复合纳米材料中含有单质碳,322.14℃左右的放热峰和质量减少现象来源于碳元素对四氧化三铁和氧化钒的还原(纳米尺寸使得该还原反应在较低的温度下发生)。

[0122] 实施例5

[0123] 本实施例为一种磁性钒铁复合纳米材料的制备方法,该制备方法包括如下步骤:

[0124] (a)将水合氯化铁、水合氯化钒、乙酸钠混合,得到混合物,其中,水合氯化铁与水合氯化钒的摩尔比为10:2;水合氯化铁与乙酸钠的摩尔比为1:8;

[0125] (b)向混合物中添加乙二醇,以600r/min搅拌25min,再以45000HZ超声波进行超声处理25min,得到混合溶液,其中,混合溶液中水合氯化铁的浓度为0.06mol/L;

[0126] (c)将混合溶液升温至160℃,并保温密闭反应10h;

[0127] (d)将反应后的混合溶液以8000r/min离心10min,收集沉淀物,向沉淀物种添加甲醇进行搅拌、离心、收集沉淀物,重复上述添加甲醇进行搅拌、离心、收集沉淀操作1次,将收集的沉淀物进行真空干燥,即得磁性钕铁复合纳米材料,材料磁性良好。

[0128] 称量上述得到的磁性钕铁复合纳米材料,并根据产率=磁性钕铁复合纳米材料质量/理论产物质量×100%计算产率,理论产物质量=加入的乙酸钠中甲基碳质量+理论四氧化三铁质量+理论钕氧化物质量。加入的乙酸钠中甲基碳质量=(乙酸钠质量/乙酸钠摩尔质量)×12;理论四氧化三铁质量=(水合铁盐质量/水合铁盐摩尔质量)÷3×四氧化三铁摩尔质量;理论钕氧化物质量=(钕盐质量/水合钕盐摩尔质量)÷2×三氧化二钕摩尔质量。结算产率结果为49.25%。

[0129] 实施例6

[0130] 本实施例为一种磁性钕铁复合纳米材料的制备方法,该制备方法包括如下步骤:

[0131] (a)将水合氯化铁、水合氯化钕、乙酸钠混合,得到混合物,其中,水合氯化铁与水合氯化钕的摩尔比为10:2;水合氯化铁与乙酸钠的摩尔比为1:10;

[0132] (b)向混合物中添加乙二醇,以360r/min搅拌35min,再以50000HZ超声波进行超声处理15min,得到混合溶液,其中,混合溶液中水合氯化铁的浓度为0.083mol/L;

[0133] (c)将混合溶液升温至170℃,并保温密闭反应8h;

[0134] (d)将反应后的混合溶液以12000r/min离心5min,收集沉淀物,向沉淀物种添加甲醇进行搅拌、离心、收集沉淀物,重复上述添加甲醇进行搅拌、离心、收集沉淀操作3次,将收集的沉淀物进行真空干燥,即得磁性钕铁复合纳米材料,材料磁性良好。

[0135] 称量上述得到的磁性钕铁复合纳米材料,并根据产率=磁性钕铁复合纳米材料质量/理论产物质量×100%计算产率,理论产物质量=加入的乙酸钠中甲基碳质量+理论四氧化三铁质量+理论钕氧化物质量。加入的乙酸钠中甲基碳质量=(乙酸钠质量/乙酸钠摩尔质量)×12;理论四氧化三铁质量=(水合铁盐质量/水合铁盐摩尔质量)÷3×四氧化三铁摩尔质量;理论钕氧化物质量=(钕盐质量/水合钕盐摩尔质量)÷2×三氧化二钕摩尔质量。结算产率结果为55.41%。

[0136] 实施例7

[0137] 本实施例为一种磁性钕铁复合纳米材料的制备方法,该制备方法包括如下步骤:

[0138] (a)将水合氯化铁、水合氯化钕、乙酸钠混合,得到混合物,其中,水合氯化铁与水合氯化钕的摩尔比为10:2;水合氯化铁与乙酸钠的摩尔比为1:9;

[0139] (b)向混合物中添加乙二醇,以500r/min搅拌30min,再以50000HZ超声波进行超声处理20min,得到混合溶液,其中,混合溶液中水合氯化铁的浓度为0.05mol/L;

[0140] (c)将混合溶液升温至180℃,并保温密闭反应9h;

[0141] (d)将反应后的混合溶液以10000r/min离心8min,收集沉淀物,向沉淀物种添加甲醇进行搅拌、离心、收集沉淀物,重复上述添加甲醇进行搅拌、离心、收集沉淀操作2次,将收集的沉淀物进行真空干燥,即得磁性钕铁复合纳米材料,材料磁性良好。

[0142] 称量上述得到的磁性钕铁复合纳米材料,并根据产率=磁性钕铁复合纳米材料质量/理论产物质量×100%计算产率,理论产物质量=加入的乙酸钠中甲基碳质量+理论四氧化三铁质量+理论钕氧化物质量。加入的乙酸钠中甲基碳质量=(乙酸钠质量/乙酸钠摩尔质

量) × 12; 理论四氧化三铁质量 = (水合铁盐质量 / 水合铁盐摩尔质量) ÷ 3 × 四氧化三铁摩尔质量; 理论钽氧化物质量 = (钽盐质量 / 水合钽盐摩尔质量) ÷ 2 × 三氧化二钽摩尔质量。结算产率结果为 72.49%。

[0143] 对上述制备得到的磁性钽铁复合纳米材料进行检测, 分别获得磁性钽铁复合纳米材料的 SEM 图谱、EDS 图谱、元素 mapping 图谱、TG 热重分析和 X 射线光电子能谱 XPS;

[0144] 其中, SEM 图谱, 上述磁性钽铁复合纳米材料为麻花状球形结构, 粒径为 50-150nm。

[0145] EDS 图谱如图 1 所示, 由图 1 可知, 上述磁性钽铁复合纳米材料包括氧、铁、钽、碳四种元素。

[0146] 元素 mapping 图谱如图 2-6 所示, 由图 2-图 6 可知, 氧、铁、钽、碳四种元素均在纳米球体中均匀分布。

[0147] 光电子能谱 XPS 如图 7-10 所示, 由图 7-图 10 可知, 材料中的铁元素存在形式为正二价和正三价两种价态 (710eV 处峰值与 725eV 左右卫星峰), 钽元素主要存在为三价 (401.5eV 左右处峰值), 碳元素主要存在形式为零价 (284.6eV 处峰值), 氧元素主要存在形式为负二价 (530eV 附近峰值), 故可推断本材料为单质碳-四氧化三铁-三氧化二钽复合纳米材料。

[0148] 采用热重分析仪在氩气保护下对上述制备得到的磁性钽铁复合纳米材料进行热重分析, 分析结果如图 11 所示, 由图 11 可知, 磁性钽铁复合纳米材料中含有单质碳, 319.53°C 左右的放热峰和质量减少现象来源于碳元素对四氧化三铁和三氧化二钽的还原 (纳米尺寸使得该还原反应在较低的温度下发生)。

[0149] 虽然, 上文中已经用一般性说明及具体实施例对本发明作了详尽的描述, 但在本发明基础上, 可以对之作一些修改或改进, 这对本领域技术人员而言是显而易见的。因此, 在不偏离本发明精神的基础上所做的这些修改或改进, 均属于本发明要求保护的范围。

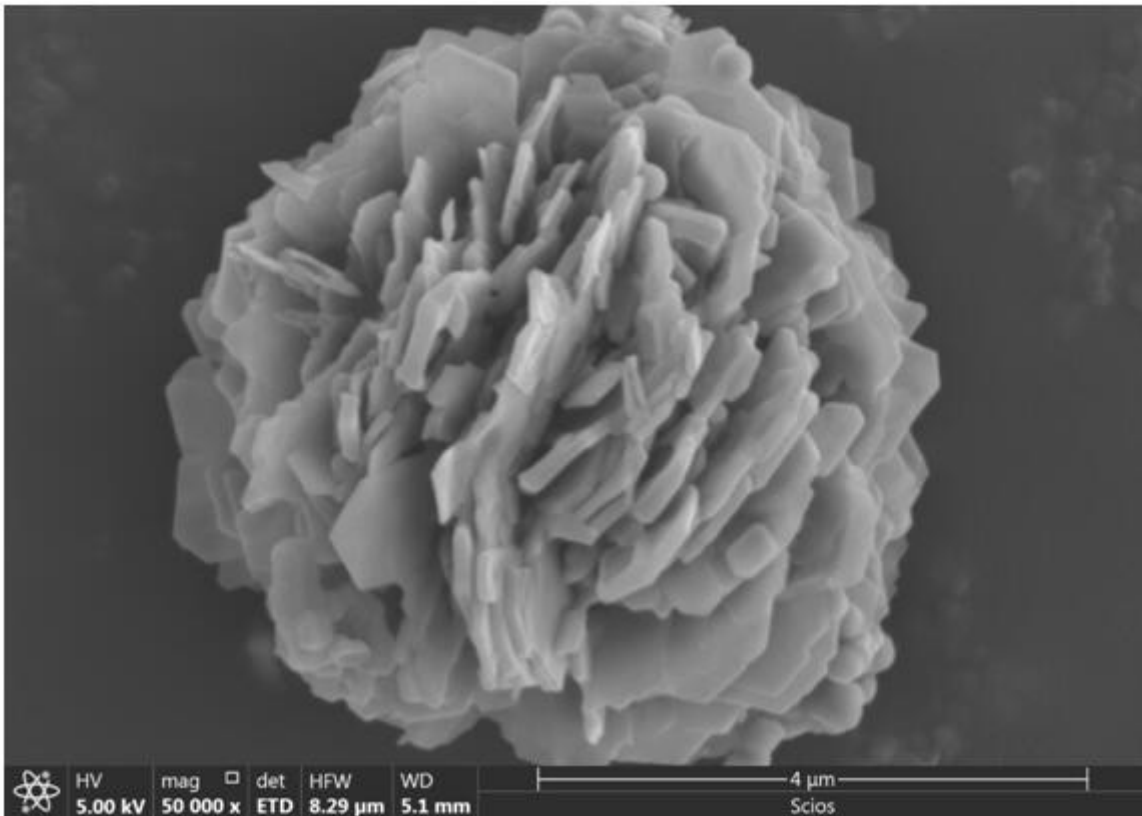


图1

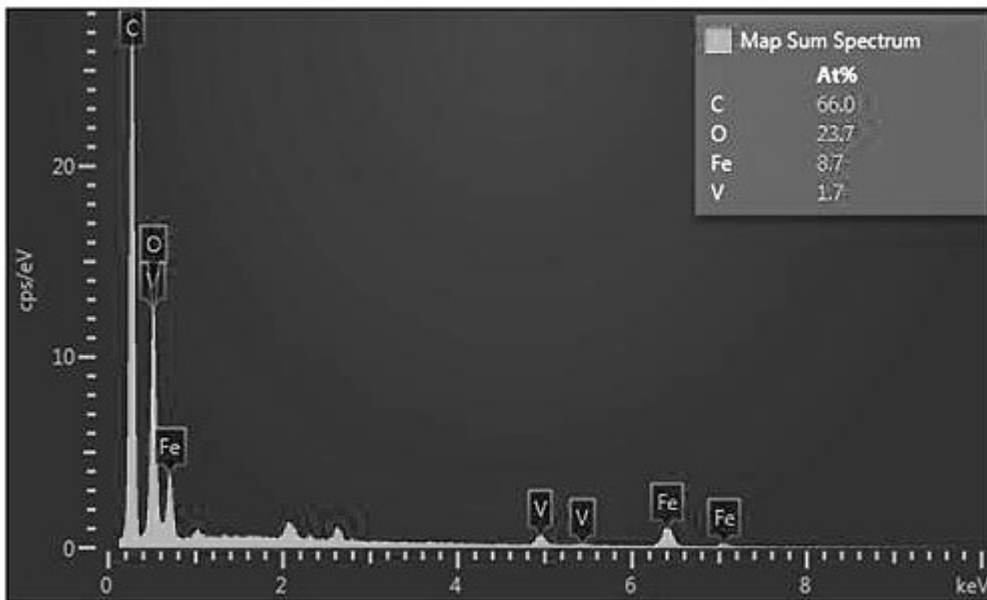


图2

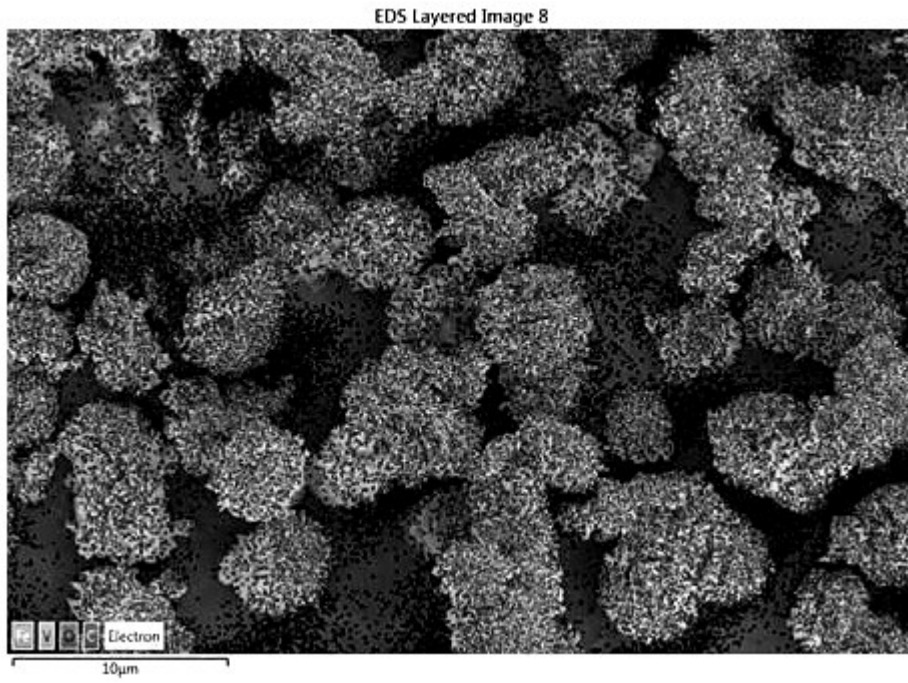


图3

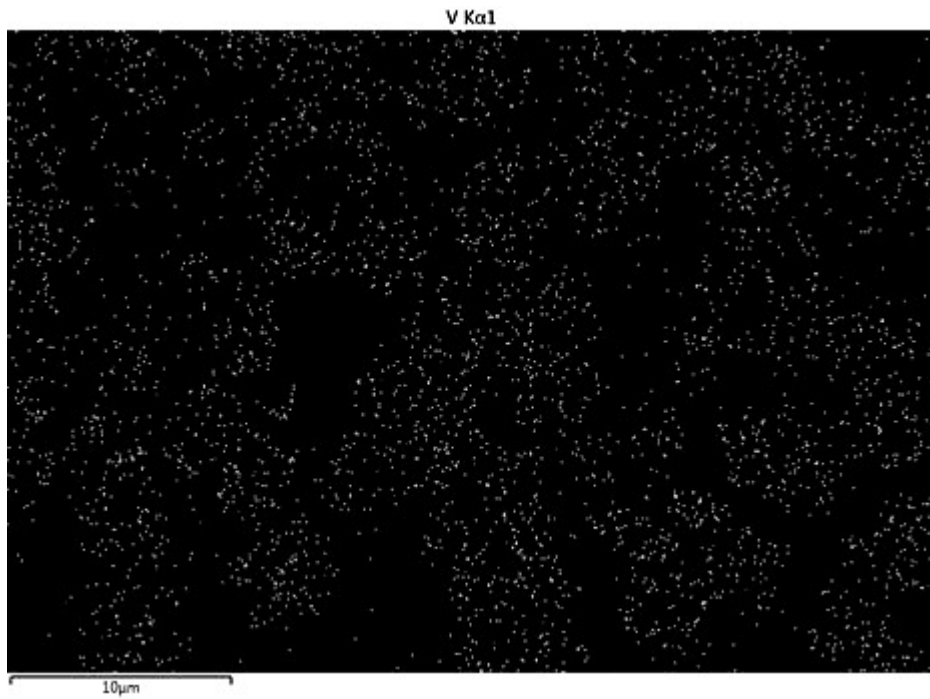


图4

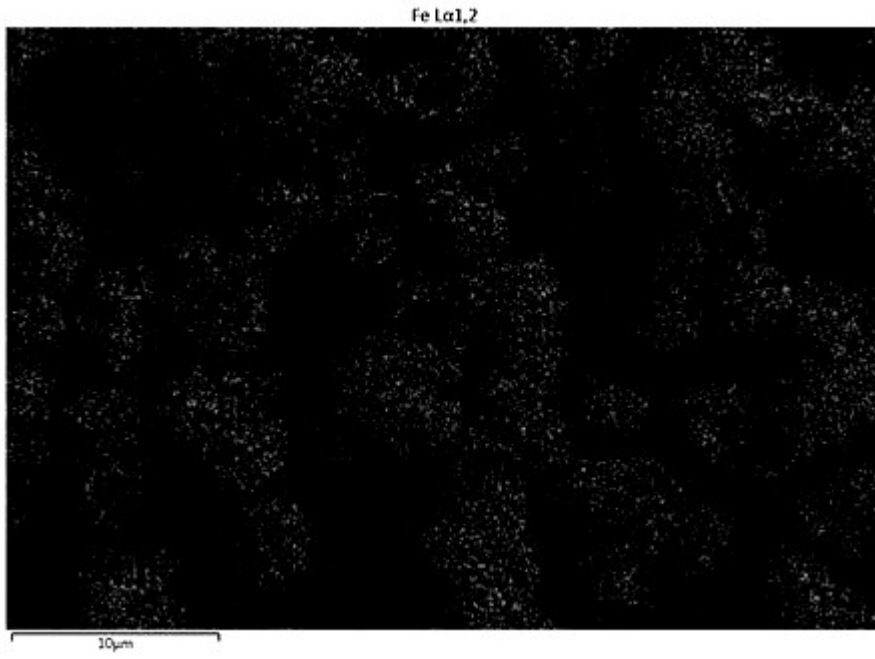


图5

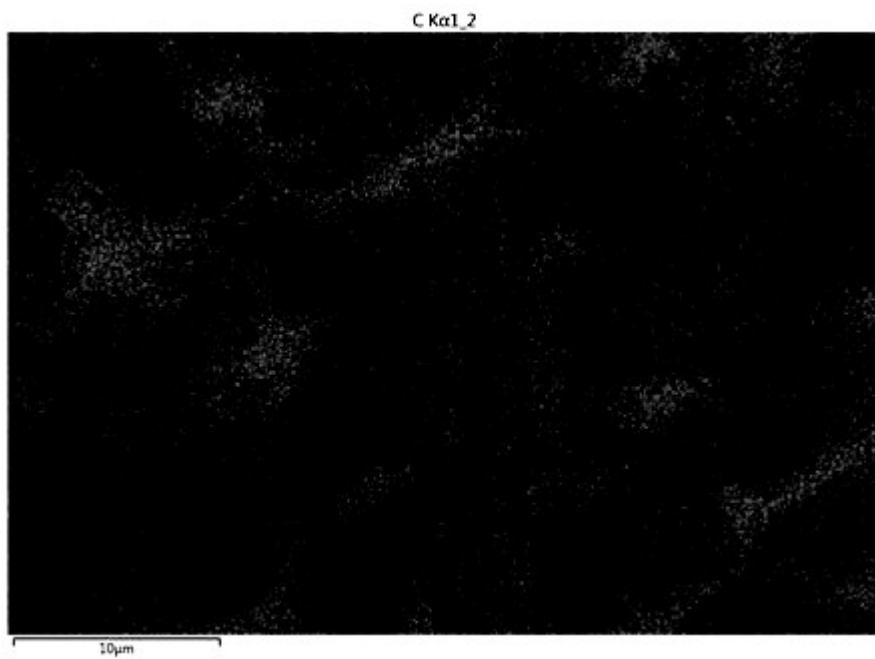


图6

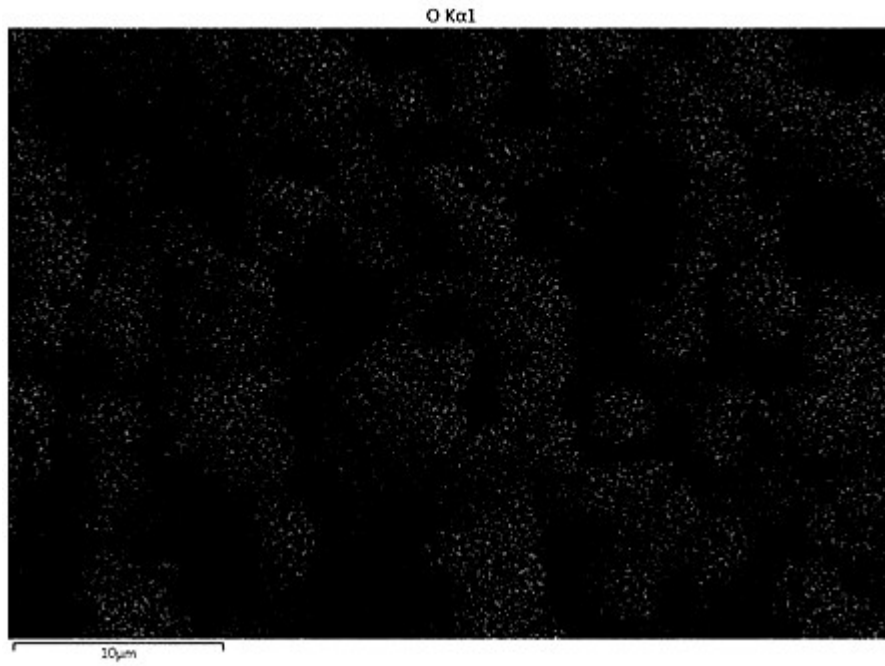


图7

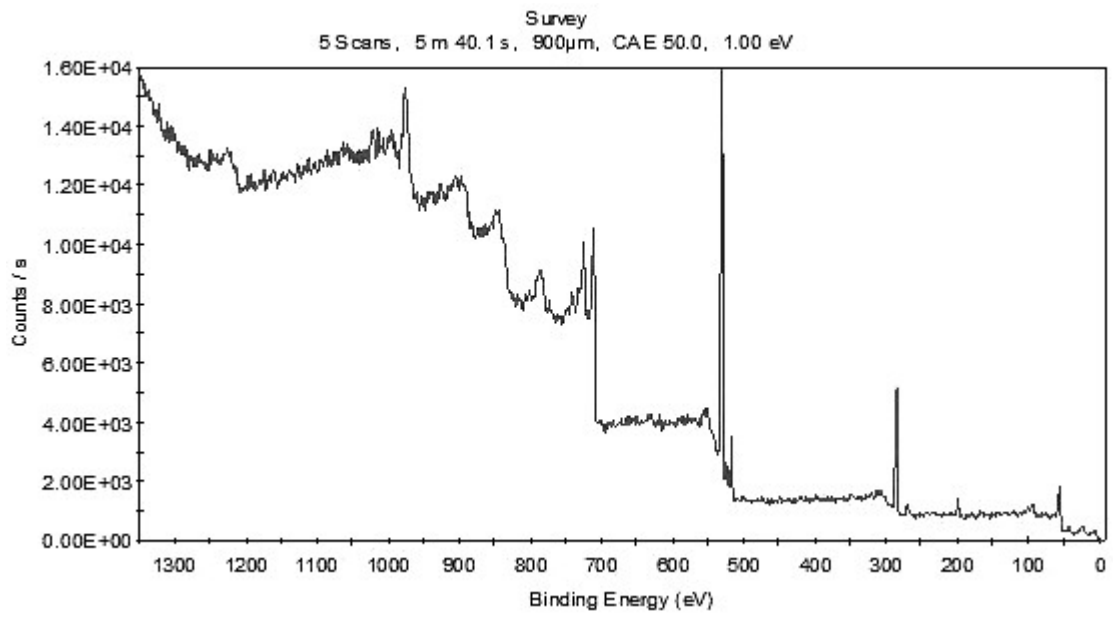


图8

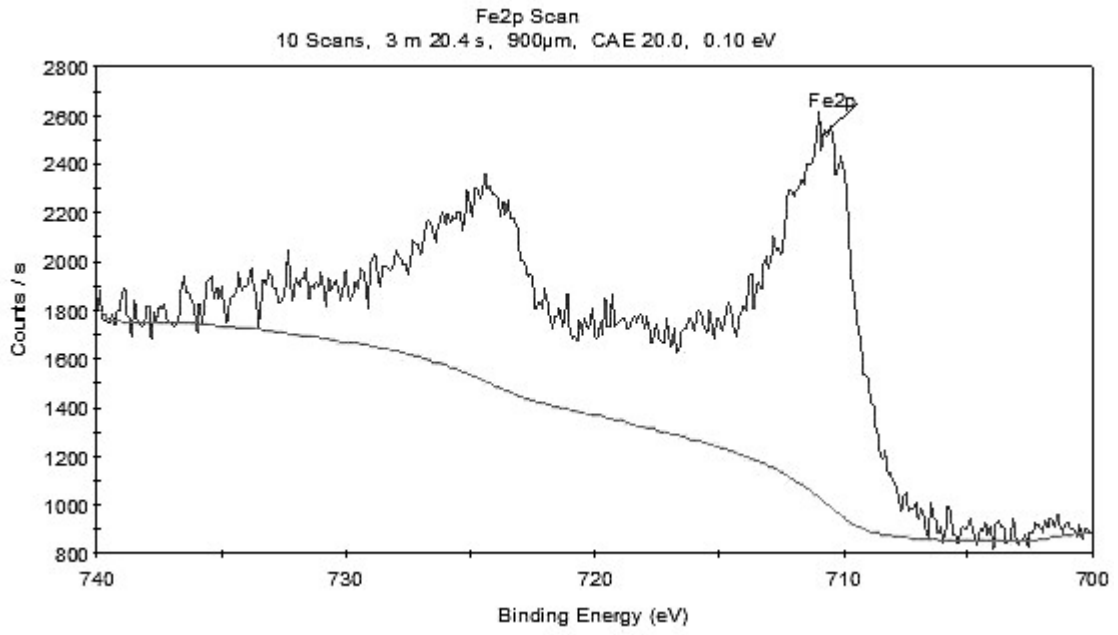


图9

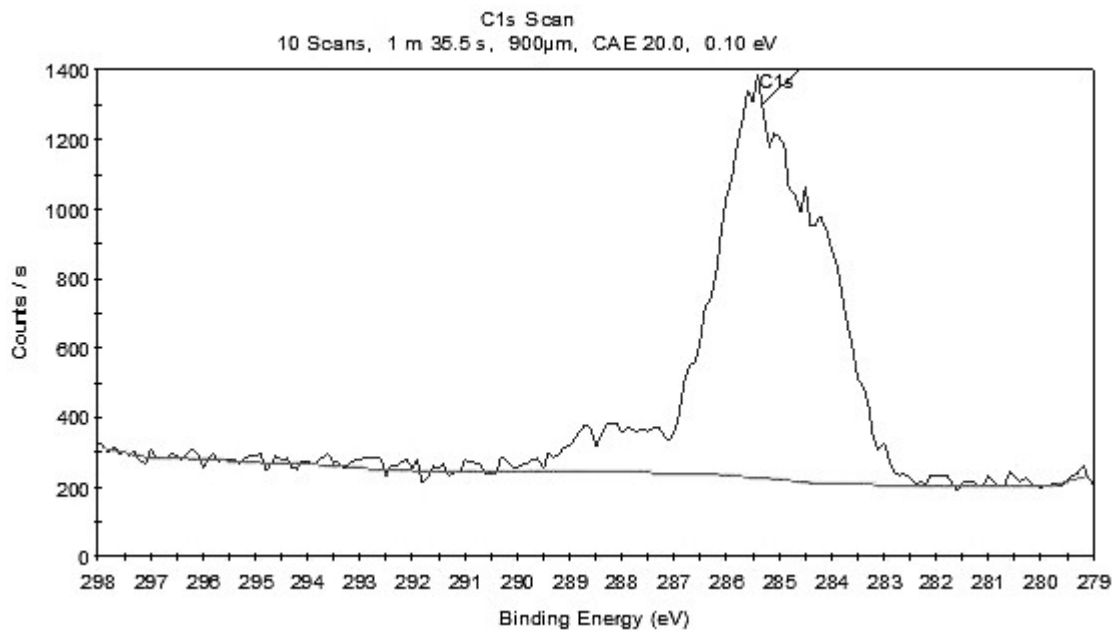


图10

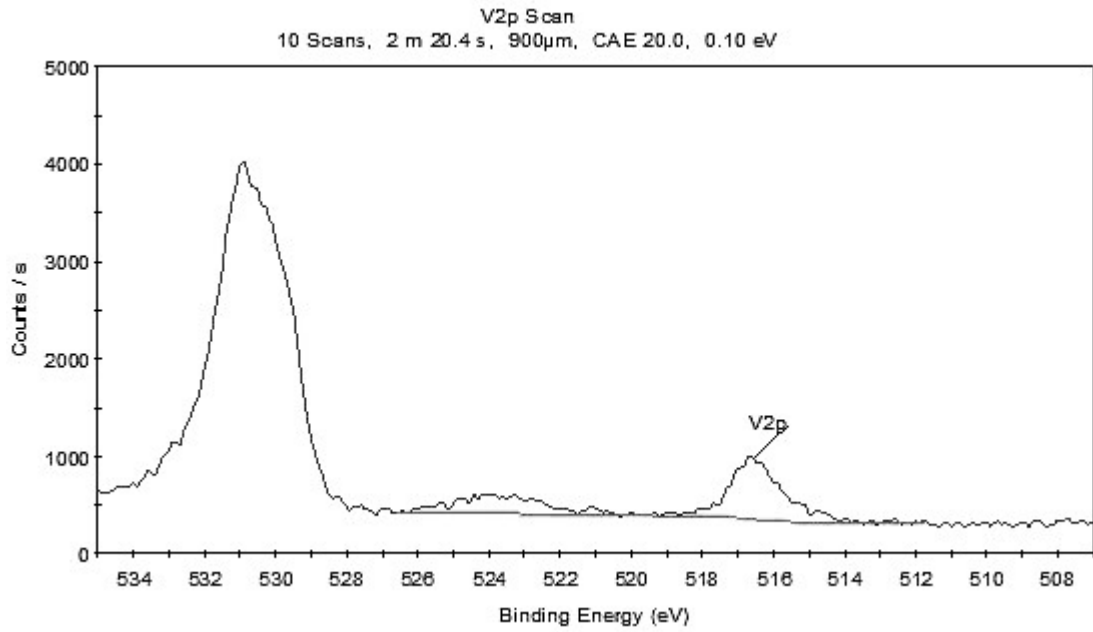


图11

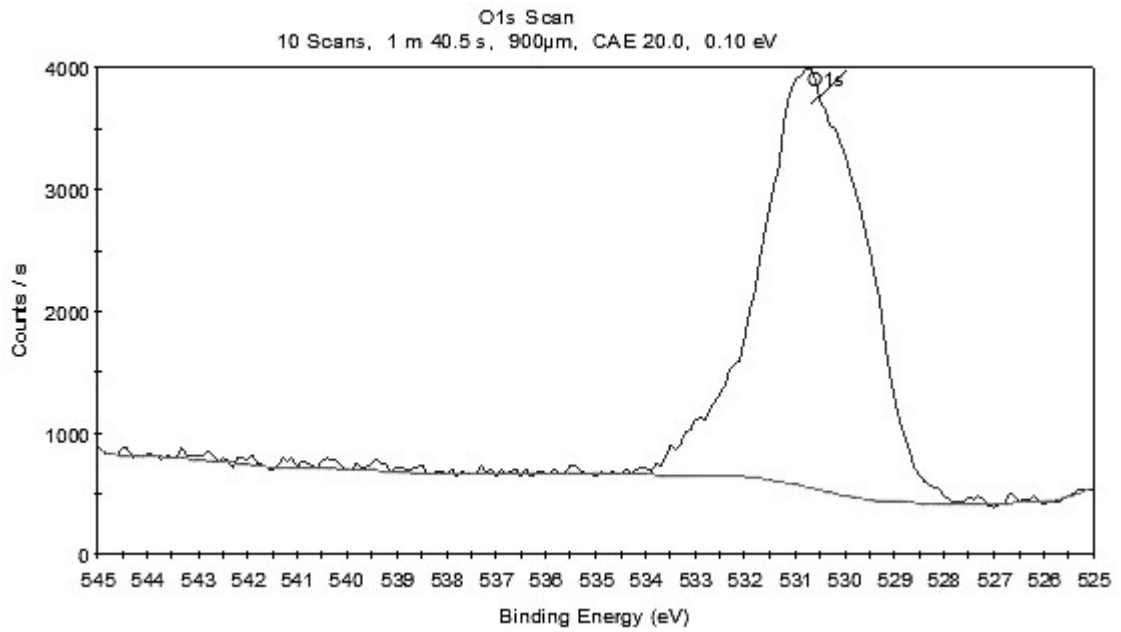


图12

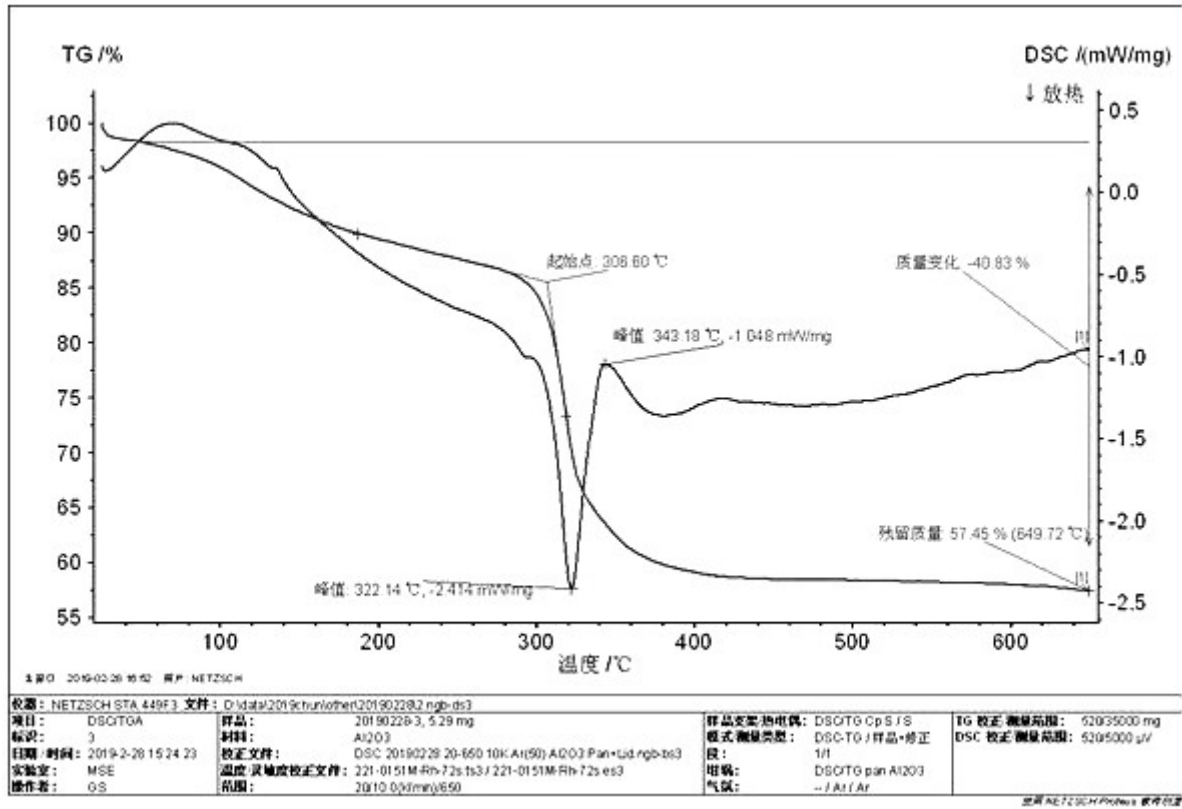


图13

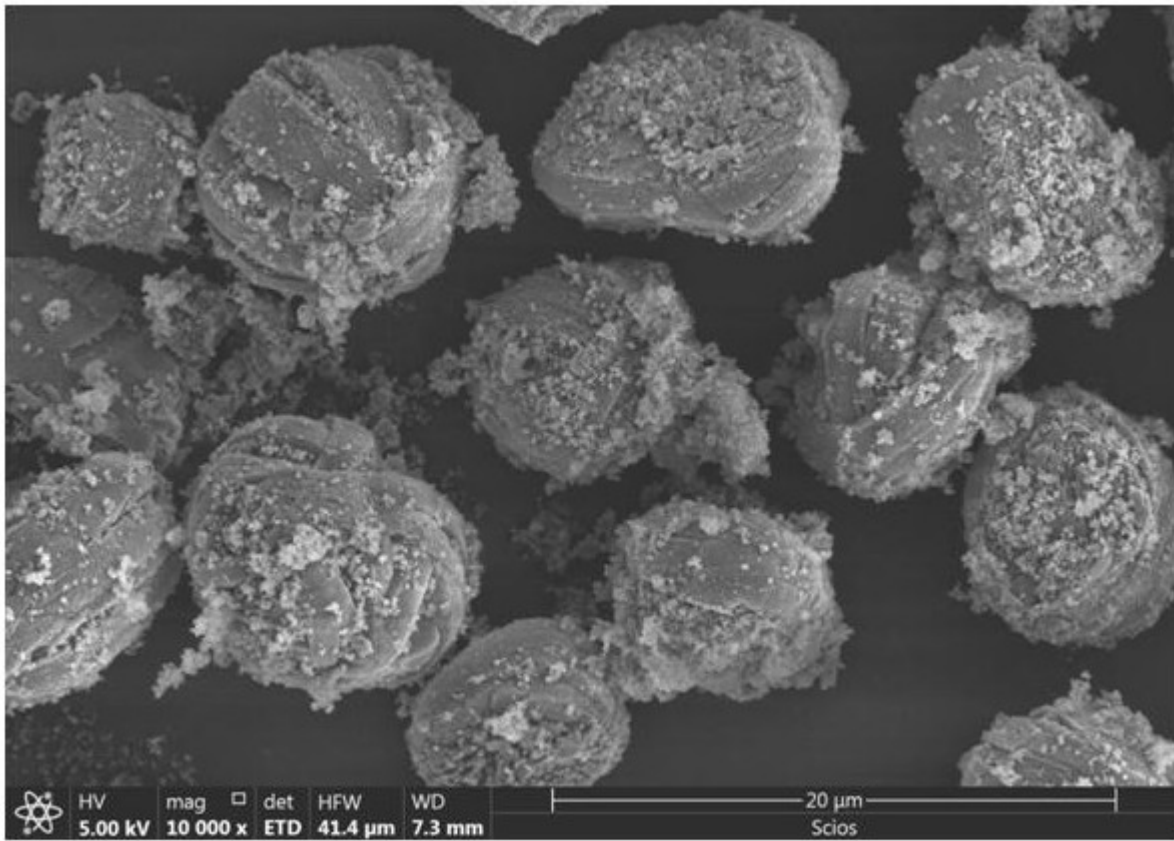


图14

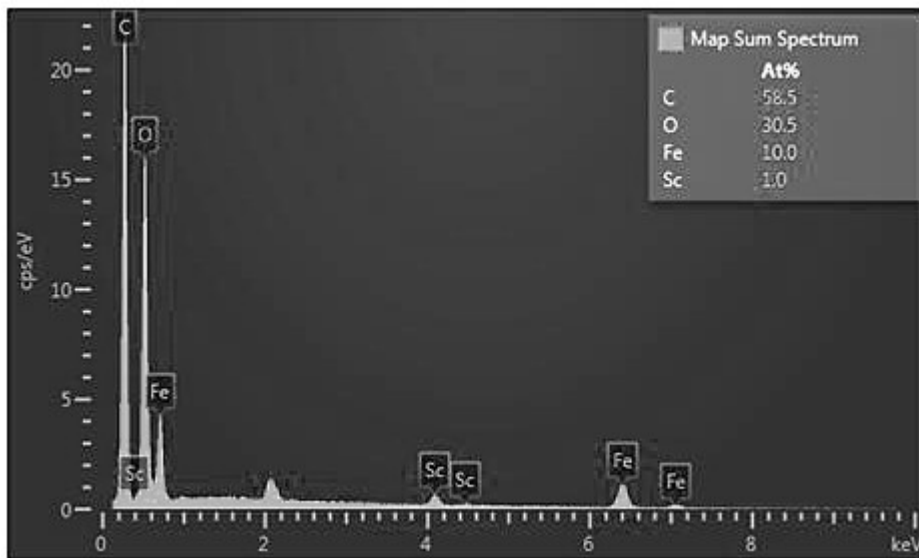


图15

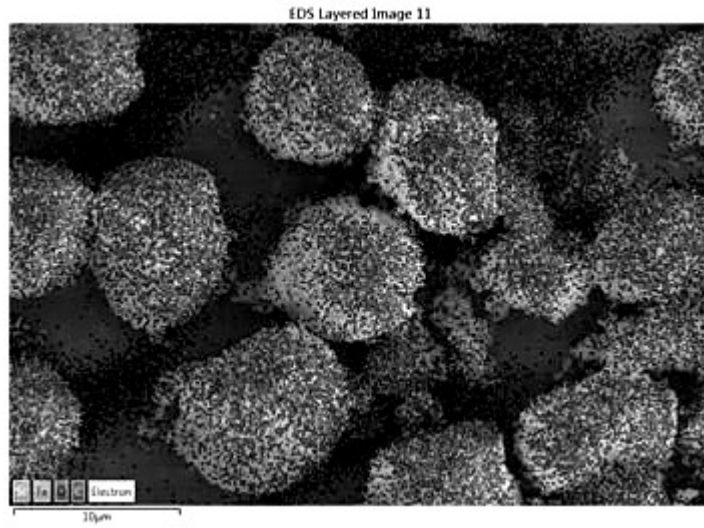


图16

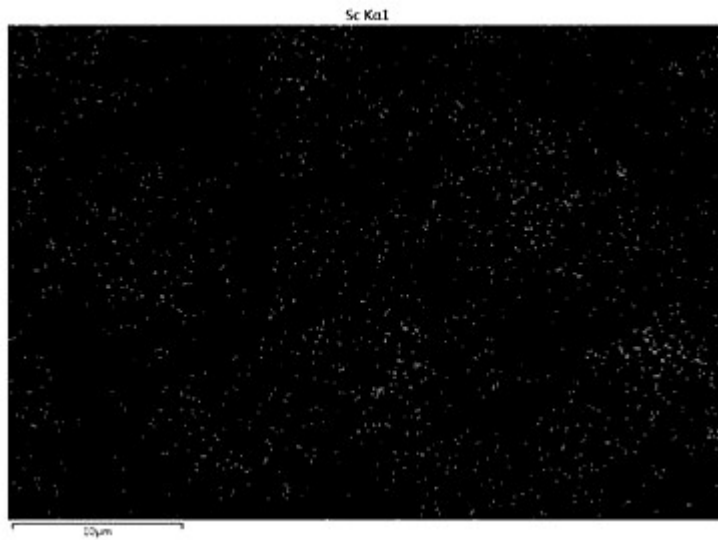


图17

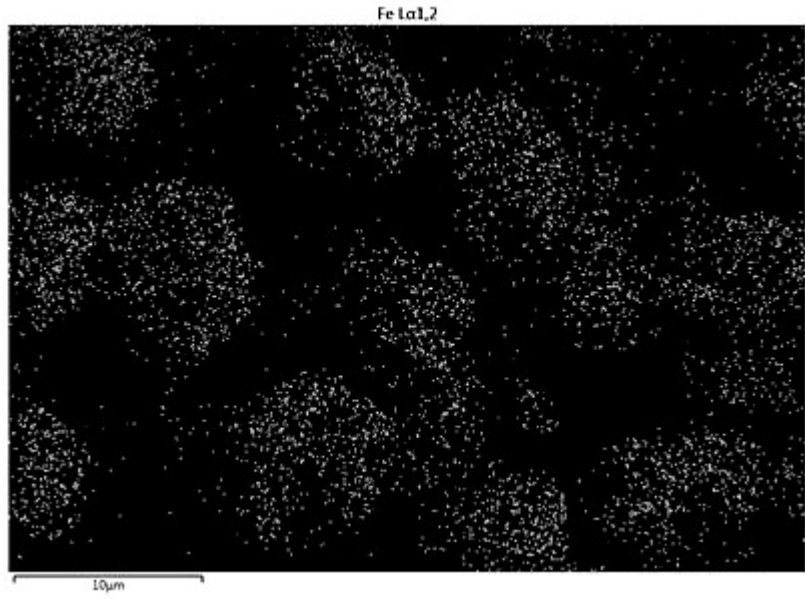


图18

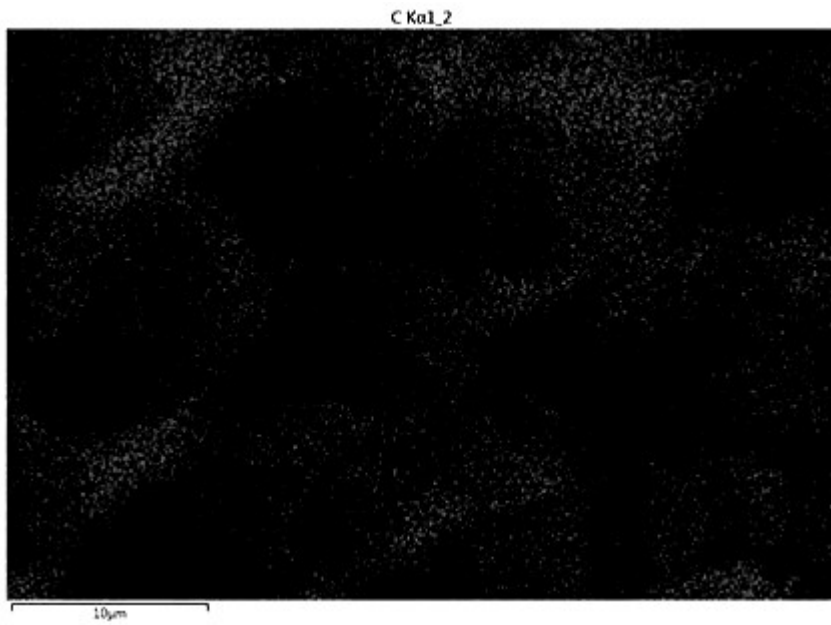


图19

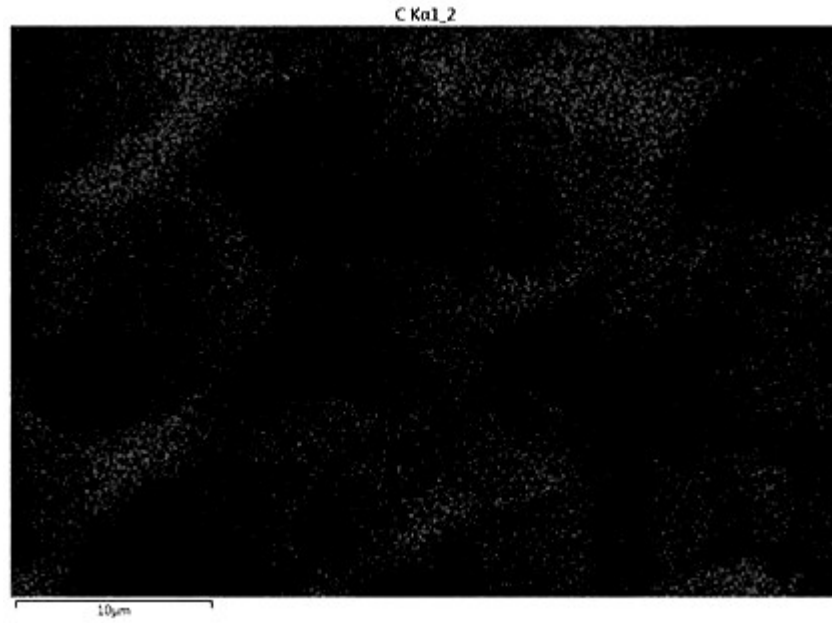


图20

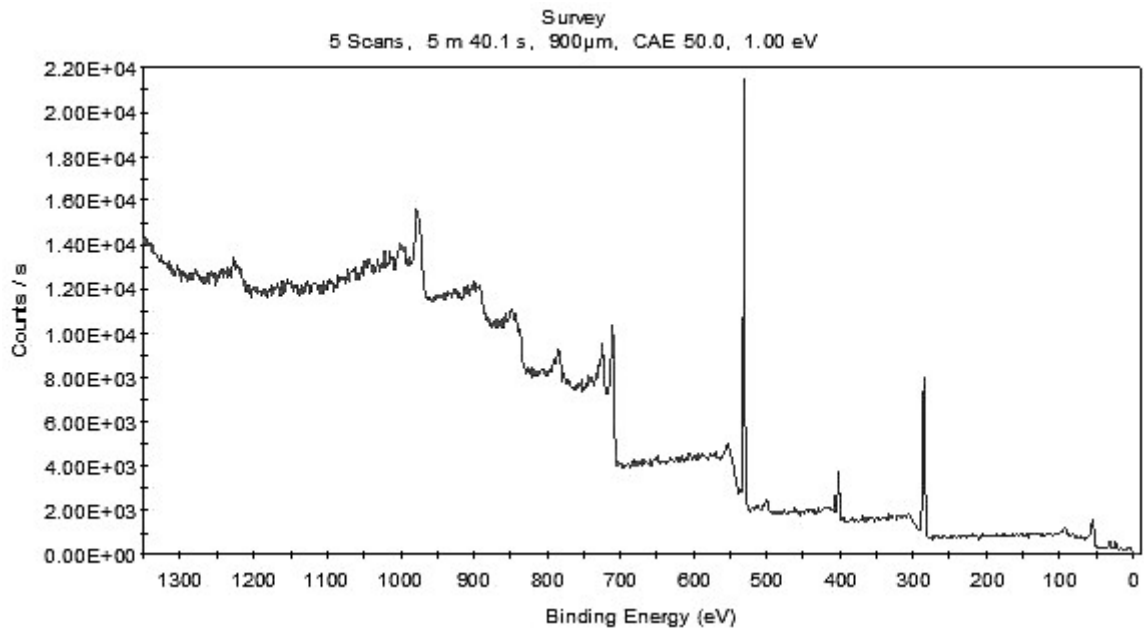


图21

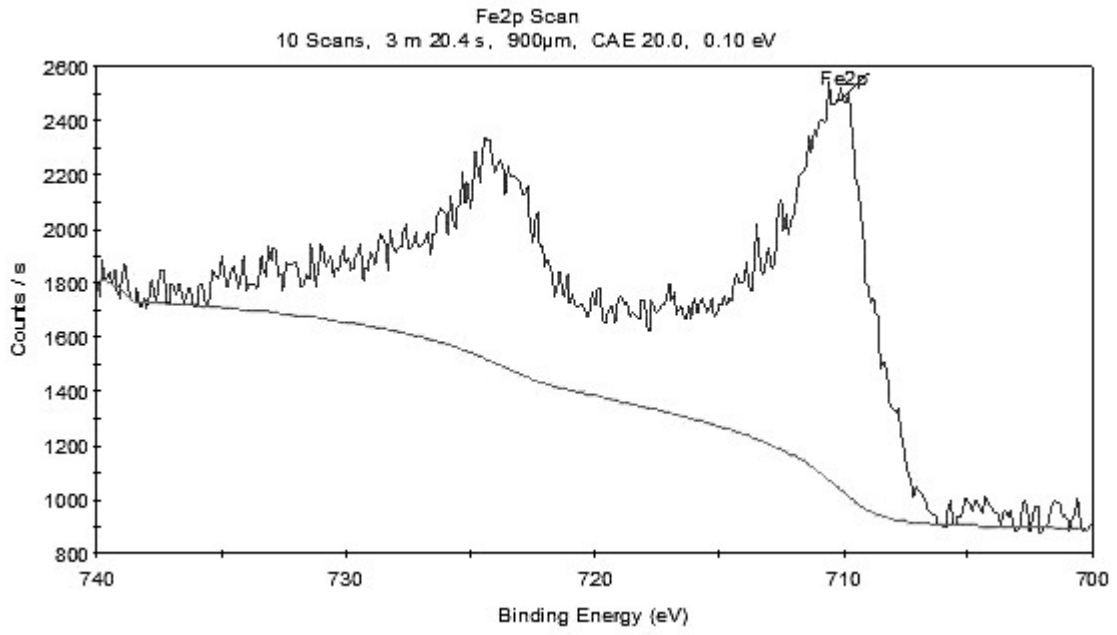


图22

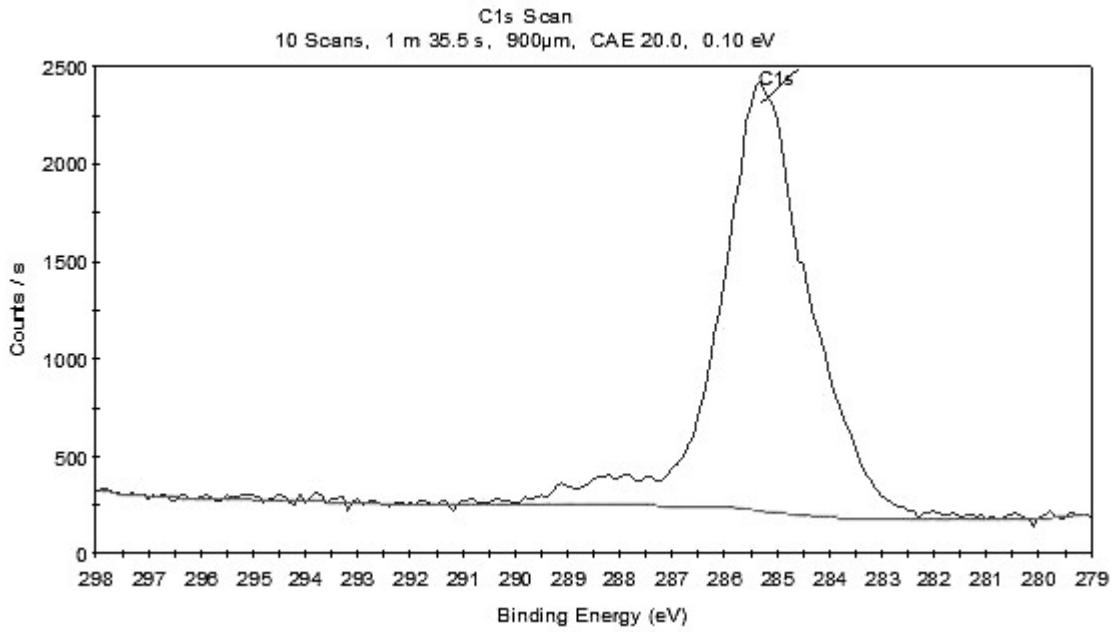


图23

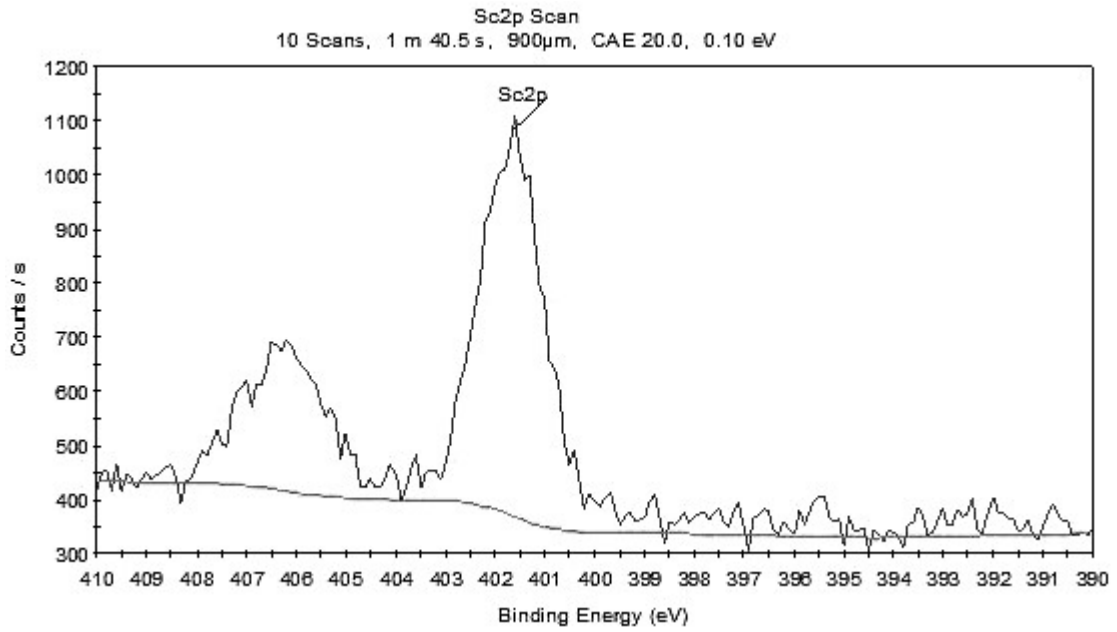


图24

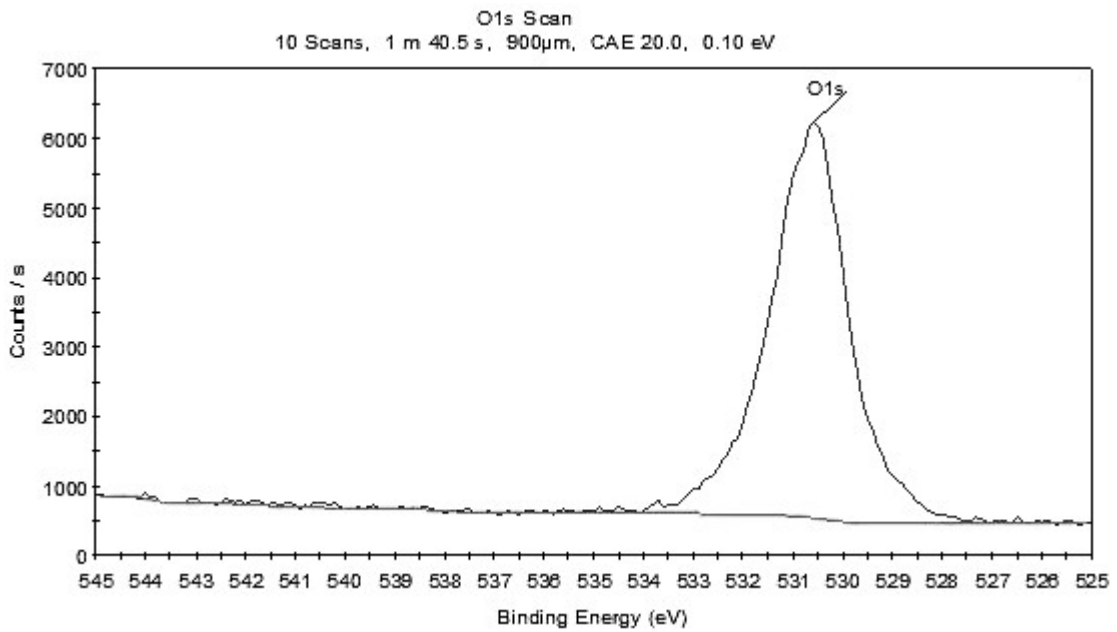


图25

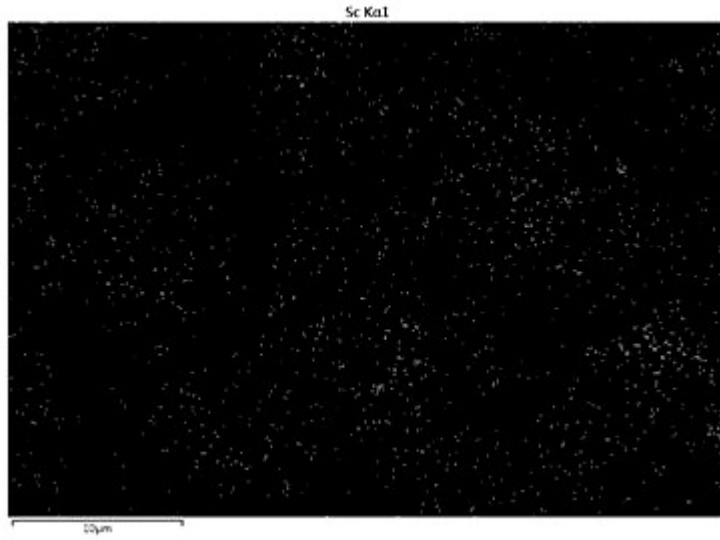


图26