



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102747439 A

(43) 申请公布日 2012. 10. 24

(21) 申请号 201110107193. 7

(22) 申请日 2011. 04. 21

(71) 申请人 中国科学院合肥物质科学研究院
地址 230031 安徽省合肥市 1110 信箱

(72) 发明人 林永兴 蔡伟平 田兴友 何辉
胡坤

(51) Int. Cl.

D01F 1/10(2006. 01)

D01F 11/00(2006. 01)

D01F 2/28(2006. 01)

D01F 11/02(2006. 01)

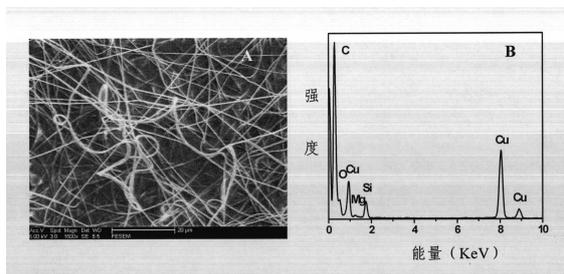
权利要求书 2 页 说明书 7 页 附图 1 页

(54) 发明名称

分散性纳米复合材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种分散性纳米复合材料及其制备方法。材料为直径为 10nm ~ 5 μm、长度 ≥ 100nm 的复合纤维,其由不可溶性氢氧化物、不可溶性磷酸盐、不可溶性碳酸盐、不可溶性硅酸盐中的一种或两种以上的混合物与聚合物按照重量百分比为 0.1 ~ 60% : 40 ~ 99.9% 的比例组成;方法为先将可溶性盐与聚合物溶于溶剂,再对其使用静电纺丝法纺得由可溶性盐与聚合物构成的合成纤维,接着,先使用能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液对其进行浸泡或雾化喷涂,得到中间产物,再对中间产物洗涤和干燥,之后,先对干燥的中间产物使用聚合物溶液进行浸泡或淋洗,再将其置于 80 ~ 180℃ 下加热 5min ~ 10h,制得目标产物。它内含的无机纳米粒子具有高度的分散性。



1. 一种分散性纳米复合材料,包括纤维,其特征在于:

所述纤维为复合纤维,所述复合纤维的直径为 10nm ~ 5 μ m、长度 ≥ 100nm,其由不可溶性氢氧化物、不可溶性磷酸盐、不可溶性碳酸盐、不可溶性硅酸盐中的一种或两种以上的混合物与聚合物按照重量百分比为 0.1 ~ 60% : 40 ~ 99.9% 的比例组成;

所述不可溶性氢氧化物为羟基氧化铁,或氢氧化铁,或氢氧化锌,或氢氧化镁,或氢氧化铝,所述不可溶性磷酸盐为磷酸钙,或磷酸铁,或磷酸亚铁,或磷酸镁,所述不可溶性碳酸盐为碳酸钙,或碳酸镁,所述不可溶性硅酸盐为硅酸钙,或硅酸镁,或硅酸铁;

所述聚合物为聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮、醋酸纤维素、二乙酸纤维素、聚丙烯腈、聚丙烯酰胺、聚酰胺、聚氧化乙烯、聚甲基缩丁醛、橡胶、聚乳酸中的一种或两种以上的混合物。

2. 一种权利要求 1 所述分散性纳米复合材料的制备方法,采用原位化学反应转化法,其特征在于完成步骤如下:

步骤 1,先将可溶性盐与聚合物按照重量百分比为 0.1 ~ 60% : 40 ~ 99.9% 的比例混合后溶于溶剂中,得到纺丝液,其中,可溶性盐为可溶性铁盐、可溶性锌盐,可溶性钙盐、可溶性镁盐、可溶性钠盐、可溶性铝盐、可溶性磷盐、可溶性钾盐中的一种或两种以上的混合物,聚合物为聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮、醋酸纤维素、二乙酸纤维素、聚丙烯腈、聚丙烯酰胺、聚酰胺、聚氧化乙烯、聚甲基缩丁醛、橡胶、聚乳酸中的一种或两种以上的混合物,溶剂为甲酸、乙酸、盐酸、硝酸、丙酮、乙醇、N, N- 二甲基甲酰胺、汽油、苯、四氢呋喃、芳烃溶剂油中的一种或两种以上的混合物,再对纺丝液使用静电纺丝法纺得由可溶性盐与聚合物构成的合成纤维;

步骤 2,先使用能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液对由可溶性盐与聚合物构成的合成纤维进行浸泡或雾化喷涂 5min ~ 100h,得到中间产物,再对中间产物进行洗涤和干燥的处理;

步骤 3,先对干燥后的中间产物使用浓度为 0.001 ~ 10wt% 的聚合物溶液进行浸泡或淋洗至少 1min,其中,聚合物溶液为聚乙烯醇溶液、聚乙烯吡咯烷酮溶液、醋酸纤维素溶液、二乙酸纤维素溶液、聚丙烯腈溶液、聚丙烯酰胺溶液、聚酰胺溶液、聚氧化乙烯溶液、聚甲基缩丁醛溶液、橡胶溶液、聚乳酸溶液中的一种或两种以上的混合溶液,再将其置于 80 ~ 180℃ 下加热 5min ~ 10h,制得分散性纳米复合材料。

3. 根据权利要求 2 所述的分散性纳米复合材料的制备方法,其特征是可溶性铁盐为氯化亚铁、氯化铁、硫酸铁、硫酸亚铁、硝酸铁、硝酸亚铁、醋酸亚铁、乙酰丙酮铁、乙酰丙酮亚铁、柠檬酸亚铁、柠檬酸铁、氨基酸铁、氨基酸亚铁中的一种或两种以上的混合物。

4. 根据权利要求 2 所述的分散性纳米复合材料的制备方法,其特征是可溶性钙盐为氯化钙、硝酸钙中的一种或两种的混合物。

5. 根据权利要求 2 所述的分散性纳米复合材料的制备方法,其特征是可溶性镁盐为氯化镁、硝酸镁、硫酸镁中的一种或两种以上的混合物。

6. 根据权利要求 2 所述的分散性纳米复合材料的制备方法,其特征是可溶性钠盐为氯化钠、硫酸钠、硝酸钠、碳酸钠、碳酸氢钠、磷酸钠、磷酸氢二钠、磷酸二氢钠、焦磷酸钠中的一种或两种以上的混合物。

7. 根据权利要求 2 所述的分散性纳米复合材料的制备方法,其特征是可溶性钾盐为氯化钾、硫酸钾、硝酸钾、碳酸钾、碳酸氢钾、磷酸钾、磷酸二氢钾、焦磷酸钾中的一种或两种以

上的混合物。

8. 根据权利要求 2 所述的分散性纳米复合材料的制备方法,其特征是能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶质为氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化钙、氨水、氯化钙、氯化镁、氯化铁、氯化亚铁、氯化铝、氯化钠、氯化钾、氯金酸、硝酸钙、硝酸镁、硝酸银、硝酸铁、硝酸亚铁、碳酸钠、碳酸铵、碳酸氢钠、碳酸氢铵、硫酸钠、硫酸铝、硫酸铵、硅酸钠、水合肼、硼氢化钠、硫代硫酸钠、亚硫酸钠、磷酸钠、磷酸氢二钠、磷酸二氢钠、焦磷酸钠、磷酸铵、磷酸氢铵、磷酸二氢铵、磷酸钾、磷酸二氢钾、磷酸二氢钾、焦磷酸钾中的一种或两种以上的混合物,能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶剂为甲酸、乙酸、盐酸、硝酸、丙酮、乙醇、N,N-二甲基甲酰胺、水中的一种或两种以上的混合物。

9. 根据权利要求 2 所述的分散性纳米复合材料的制备方法,其特征是浸泡或雾化喷涂时的温度为 0 ~ 95°C、气压为 $\geq 100\text{Pa}$ 、气氛为氮气气氛或氩气气氛或两者的混合气氛。

10. 根据权利要求 2 所述的分散性纳米复合材料的制备方法,其特征是干燥处理为将中间产物置于温度为室温 ~ 150°C、气压为 $\geq 100\text{Pa}$ 、气氛为氮气气氛或氩气气氛或两者的混合气氛下进行干燥。

分散性纳米复合材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种复合材料及制备方法,尤其是一种分散性纳米复合材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 纳米材料是指三维空间尺度至少有一维处于纳米量级(1~100nm)的材料,它是由尺寸介于原子、分子和宏观体系之间的纳米粒子所组成的新型材料。纳米粒子处在原子簇和宏观物体交界的过渡区域,从通常的关于微观和宏观的观点看,这样的系统既非典型的微观系统亦非典型的宏观系统,是一种典型的介观系统,它具有表面效应、小尺寸效应和宏观量子隧道效应。当人们将宏观物体细分成超微颗粒(纳米级)后,它将显示出许多奇异的特性,即它的光学、热学、电学、磁学、力学以及化学方面的性质和大块固体时相比将会有显著的不同。

[0003] 由于纳米颗粒太小,比表面能很高,因此非常容易团聚,从而导致材料的性能劣化。为解决这一问题,人们做了一些尝试和努力,如在2009年1月7日公开的中国发明专利申请公布说明书CN 101338459A中披露的“一种有机和无机纳米混杂纤维的制备方法”。该制备方法为先将无机物混悬于纺丝溶剂中,再向其中加入高分子聚合物,得到纺丝原液,之后,通过高压静电纺丝工艺将纺丝原液纺制成直径为100~300nm的纳米混杂纤维;其中,无机物为高岭土或膨润土或二氧化硅等,高分子聚合物为聚丙烯腈或尼龙66,纺丝溶剂为二甲基乙酰胺或甲酸。但是,无论是纳米混杂纤维,还是其制备方法,都存在着不足之处,首先,制成品纳米混杂纤维中的无机物的尺度虽为纳米级,却因其在混悬于纺丝溶剂中时难免有团聚,其后虽经与高分子聚合物混合并由其负载,然而,仍未能将已团聚的纳米无机物分散开来,得到的产物中仍含有团聚的纳米无机物,这极不利于纳米无机物性能的充分发挥;其次,制备方法不能制得纳米无机物均匀分散的纤维状复合材料。

发明内容

[0004] 本发明要解决的技术问题为克服现有技术中的不足之处,提供一种纳米无机物均匀分散的纤维状的分散性纳米复合材料。

[0005] 本发明要解决的另一个技术问题为提供一种上述分散性纳米复合材料的制备方法。

[0006] 为解决本发明的技术问题,所采用的技术方案为:分散性纳米复合材料包括纤维,特别是,

[0007] 所述纤维为复合纤维,所述复合纤维的直径为10nm~5 μ m、长度 \geq 100nm,其由不可溶性氢氧化物、不可溶性磷酸盐、不可溶性碳酸盐、不可溶性硅酸盐中的一种或两种以上的混合物与聚合物按照重量百分比为0.1~60%:40~99.9%的比例组成;

[0008] 所述不可溶性氢氧化物为羟基氧化铁(FeOOH),或氢氧化铁,或氢氧化锌,或氢氧化镁,或氢氧化铝,所述不可溶性磷酸盐为磷酸钙,或磷酸铁,或磷酸亚铁,或磷酸镁,所

述不可溶性碳酸盐为碳酸钙,或碳酸镁,所述不可溶性硅酸盐为硅酸钙,或硅酸镁,或硅酸铁;

[0009] 所述聚合物为聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮、醋酸纤维素、二醋酸纤维素、聚丙烯腈、聚丙烯酰胺、聚酰胺、聚氧化乙烯、聚甲基缩丁醛、橡胶、聚乳酸中的一种或两种以上的混合物。

[0010] 为解决本发明的另一个技术问题,所采用的另一个技术方案为:上述分散性纳米复合材料的制备方法采用原位化学反应转化法,特别是完成步骤如下:

[0011] 步骤 1,先将可溶性盐与聚合物按照重量百分比为 0.1 ~ 60% : 40 ~ 99.9% 的比例混合后溶于溶剂中,得到纺丝液,其中,可溶性盐为可溶性铁盐、可溶性锌盐,可溶性钙盐、可溶性镁盐、可溶性钠盐、可溶性铝盐、可溶性磷盐、可溶性钾盐中的一种或两种以上的混合物,聚合物为聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮、醋酸纤维素、二醋酸纤维素、聚丙烯腈、聚丙烯酰胺、聚酰胺、聚氧化乙烯、聚甲基缩丁醛、橡胶、聚乳酸中的一种或两种以上的混合物,溶剂为甲酸、乙酸、盐酸、硝酸、丙酮、乙醇、N, N- 二甲基甲酰胺、汽油、苯、四氢呋喃、芳烃溶剂油中的一种或两种以上的混合物,再对纺丝液使用静电纺丝法纺得由可溶性盐与聚合物构成的合成纤维;

[0012] 步骤 2,先使用能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液对由可溶性盐与聚合物构成的合成纤维进行浸泡或雾化喷涂 5min ~ 100h,得到中间产物,再对中间产物进行洗涤和干燥的处理;

[0013] 步骤 3,先对干燥后的中间产物使用浓度为 0.001 ~ 10wt% 的聚合物溶液进行浸泡或淋洗至少 1min,其中,聚合物溶液为聚乙烯醇溶液、聚乙烯吡咯烷酮溶液、醋酸纤维素溶液、二醋酸纤维素溶液、聚丙烯腈溶液、聚丙烯酰胺溶液、聚酰胺溶液、聚氧化乙烯溶液、聚甲基缩丁醛溶液、橡胶溶液、聚乳酸溶液中的一种或两种以上的混合溶液,再将其置于 80 ~ 180°C 下加热 5min ~ 10h,制得分散性纳米复合材料。

[0014] 作为分散性纳米复合材料的制备方法的进一步改进,所述的可溶性铁盐为氯化亚铁、氯化铁、硫酸铁、硫酸亚铁、硝酸铁、硝酸亚铁、醋酸亚铁、乙酰丙酮铁、乙酰丙酮亚铁、柠檬酸亚铁、柠檬酸铁、氨基酸铁、氨基酸亚铁中的一种或两种以上的混合物;所述的可溶性锌盐为氯化锌、硝酸锌、硫酸锌、醋酸锌中的一种或两种以上的混合物;所述的可溶性钙盐为氯化钙、硝酸钙中的一种或两种的混合物;所述的可溶性镁盐为氯化镁、硝酸镁、硫酸镁中的一种或两种以上的混合物;所述的可溶性钠盐为氯化钠、硫酸钠、硝酸钠、碳酸钠、碳酸氢钠、磷酸钠、磷酸氢二钠、磷酸二氢钠、焦磷酸钠中的一种或两种以上的混合物;所述的可溶性铝盐为氯化铝、硝酸铝、硫酸铝、偏铝酸钠、偏铝酸钾中的一种或两种以上的混合物;所述的可溶性磷盐为磷酸铵、磷酸氢铵、磷酸二氢铵中的一种或两种以上的混合物;所述的可溶性钾盐为氯化钾、硫酸钾、硝酸钾、碳酸钾、碳酸氢钾、磷酸钾、磷酸二氢钾、焦磷酸钾中的一种或两种以上的混合物;所述的能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶质为氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化钙、氨水、氯化钙、氯化镁、氯化铁、氯化亚铁、氯化铝、氯化钠、氯化钾、氯金酸、硝酸钙、硝酸镁、硝酸银、硝酸铁、硝酸亚铁、碳酸钠、碳酸铵、碳酸氢钠、碳酸氢铵、硫酸钠、硫酸铝、硫酸铵、硅酸钠、水合肼、硼氢化钠、硫代硫酸钠、亚硫酸钠、磷酸钠、磷酸氢二钠、磷酸二氢钠、焦磷酸钠、磷酸铵、磷酸氢铵、磷酸二氢铵、磷酸钾、磷酸二氢钾、磷酸二氢钾、焦磷酸钾中的一种或两种以上的混合物,能与合成纤维

中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶剂为甲酸、乙酸、盐酸、硝酸、丙酮、乙醇、N,N-二甲基甲酰胺、水中的一种或两种以上的混合物；所述的浸泡或雾化喷涂时的温度为 0 ~ 95℃、气压为 $\geq 100\text{Pa}$ 、气氛为氮气气氛或氩气气氛或两者的混合气氛；所述的干燥处理为将中间产物置于温度为室温 ~ 150℃、气压为 $\geq 100\text{Pa}$ 、气氛为氮气气氛或氩气气氛或两者的混合气氛下进行干燥。

[0015] 相对于现有技术的有益效果是，其一，对制得的目标产物分别使用扫描电镜和 X 射线光电子能谱仪进行表征，由其结果可知，产物为纤维状，纤维的直径为 10nm ~ 5 μm 、长度 $\geq 100\text{nm}$ ，其由不可溶性氢氧化物、不可溶性磷酸盐、不可溶性碳酸盐、不可溶性硅酸盐中的一种或两种以上的混合物与聚合物按照重量百分比为 0.1 ~ 60% : 40 ~ 99.9% 的比例组成；其中，不可溶性氢氧化物为羟基氧化铁，或氢氧化铁，或氢氧化锌，或氢氧化镁，或氢氧化铝，不可溶性磷酸盐为磷酸钙，或磷酸铁，或磷酸亚铁，或磷酸镁，不可溶性碳酸盐为碳酸钙，或碳酸镁，不可溶性硅酸盐为硅酸钙，或硅酸镁，或硅酸铁，聚合物为聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮、醋酸纤维素、二醋酸纤维素、聚丙烯腈、聚丙烯酰胺、聚酰胺、聚氧化乙烯、聚甲基缩丁醛、橡胶、聚乳酸中的一种或两种以上的混合物。其二，这种由不可溶性氢氧化物、不可溶性磷酸盐、不可溶性碳酸盐、不可溶性硅酸盐中的一种或两种以上的混合物组成的纳米无机物，在聚合物中具有高度的分散性，其缘于可溶性盐与聚合物在溶剂中混合时，就已经达到分子级水平的分散了，为其后转变成目标产物中的高分散性的纳米无机物奠定了良好的基础。其三，制备方法既制得了无机纳米粒子高分散的纤维状目标产物，又具有极好的普适性，便于使用多种不同的原料来制备目标产物，极利于进行大规模的工业化生产。

[0016] 作为有益效果的进一步体现，一是可溶性铁盐优选为氯化亚铁、氯化铁、硫酸铁、硫酸亚铁、硝酸铁、硝酸亚铁、醋酸亚铁、乙酰丙酮铁、乙酰丙酮亚铁、柠檬酸亚铁、柠檬酸铁、氨基酸铁、氨基酸亚铁中的一种或两种以上的混合物，可溶性锌盐优选为氯化锌、硝酸锌、硫酸锌、醋酸锌中的一种或两种以上的混合物，可溶性钙盐优选为氯化钙、硝酸钙中的一种或两种的混合物，可溶性镁盐优选为氯化镁、硝酸镁、硫酸镁中的一种或两种以上的混合物，可溶性钠盐优选为氯化钠、硫酸钠、硝酸钠、碳酸钠、碳酸氢钠、磷酸钠、磷酸氢二钠、磷酸二氢钠、焦磷酸钠中的一种或两种以上的混合物，可溶性铝盐优选为氯化铝、硝酸铝、硫酸铝、偏铝酸钠、偏铝酸钾中的一种或两种以上的混合物，可溶性磷盐优选为磷酸铵、磷酸氢铵、磷酸二氢铵中的一种或两种以上的混合物，可溶性钾盐优选为氯化钾、硫酸钾、硝酸钾、碳酸钾、碳酸氢钾、磷酸钾、磷酸二氢钾、焦磷酸钾中的一种或两种以上的混合物，不仅使得原料的来源较为丰富，还使制备工艺更易实施且灵活便捷。二是能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶质优选为氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化钙、氨水、氯化钙、氯化镁、氯化铁、氯化亚铁、氯化铝、氯化钠、氯化钾、氯金酸、硝酸钙、硝酸镁、硝酸银、硝酸铁、硝酸亚铁、碳酸钠、碳酸铵、碳酸氢钠、碳酸氢铵、硫酸钠、硫酸铝、硫酸铵、硅酸钠、水合肼、硼氢化钠、硫代硫酸钠、亚硫酸钠、磷酸钠、磷酸氢二钠、磷酸二氢钠、焦磷酸钠、磷酸铵、磷酸氢铵、磷酸二氢铵、磷酸钾、磷酸二氢钾、磷酸二氢钾、焦磷酸钾中的一种或两种以上的混合物，能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶剂优选为甲酸、乙酸、盐酸、硝酸、丙酮、乙醇、N,N-二甲基甲酰胺、水中的一种或两种以上的混合物，同样利于原料来源的多样化和制备工艺的灵活便捷。三是浸泡或雾化喷涂时的温度优选为 0 ~ 95℃、气压优选为 $\geq 100\text{Pa}$ 、气氛优选为氮气气氛或氩气气氛。

氛或两者的混合气氛,确保了中间产物的质量。四是干燥处理优选为将中间产物置于温度为室温~150°C、气压为 $\geq 100\text{Pa}$ 、气氛为氮气气氛或氩气气氛或两者的混合气氛下进行干燥,保证了中间产物质量的稳定。

附图说明

[0017] 下面结合附图对本发明的优选方式作进一步详细的描述。

[0018] 图1是对制得的目标产物分别使用扫描电镜(SEM)和X射线光电子能谱(XPS)仪进行表征的结果之一。其中,图1A为目标产物的SEM照片,由其可看出,目标产物为众多的纤维状物;图1B为图1A所示目标产物的XPS谱图,由其可知,目标产物由硅酸镁与二乙酸纤维素复合而成。

[0019] 图2是对制得的目标产物分别使用扫描电镜和X射线光电子能谱仪进行表征的结果之一。其中,图2A为目标产物的SEM照片;图2B为图2A所示目标产物的XPS谱图,由其可知,目标产物由氢氧化镁与聚丙烯腈复合而成。

具体实施方式

[0020] 首先从市场购得或用常规方法制得:

[0021] 作为可溶性盐的可溶性铁盐、可溶性锌盐、可溶性钙盐、可溶性镁盐、可溶性钠盐、可溶性铝盐、可溶性磷盐和可溶性钾盐;其中,可溶性铁盐为氯化亚铁、氯化铁、硫酸铁、硫酸亚铁、硝酸铁、硝酸亚铁、醋酸亚铁、乙酰丙酮铁、乙酰丙酮亚铁、柠檬酸亚铁、柠檬酸铁、氨基酸铁和氨基酸亚铁,可溶性锌盐为氯化锌、硝酸锌、硫酸锌和醋酸锌,可溶性钙盐为氯化钙和硝酸钙,可溶性镁盐为氯化镁、硝酸镁和硫酸镁,可溶性钠盐为氯化钠、硫酸钠、硝酸钠、碳酸钠、碳酸氢钠、磷酸钠、磷酸氢二钠、磷酸二氢钠和焦磷酸钠,可溶性铝盐为氯化铝、硝酸铝、硫酸铝、偏铝酸钠和偏铝酸钾,可溶性磷盐为磷酸铵、磷酸氢铵和磷酸二氢铵,可溶性钾盐为氯化钾、硫酸钾、硝酸钾、碳酸钾、碳酸氢钾、磷酸钾、磷酸二氢钾和焦磷酸钾。

[0022] 作为聚合物的聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮、醋酸纤维素、二乙酸纤维素、聚丙烯腈、聚丙烯酰胺、聚酰胺、聚氧化乙烯、聚甲基缩丁醛、橡胶和聚乳酸。

[0023] 作为溶剂的甲酸、乙酸、盐酸、硝酸、丙酮、乙醇、N,N-二甲基甲酰胺、汽油、四氢呋喃、苯和芳烃溶剂油。

[0024] 作为能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶质的氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化钙、氨水、氯化钙、氯化镁、氯化铁、氯化亚铁、氯化铝、氯化钠、氯化钾、氯金酸、硝酸钙、硝酸镁、硝酸银、硝酸铁、硝酸亚铁、碳酸钠、碳酸铵、碳酸氢钠、碳酸氢铵、硫酸钠、硫酸铝、硫酸铵、硅酸钠、水合肼、硼氢化钠、硫代硫酸钠、亚硫酸钠、磷酸钠、磷酸氢二钠、磷酸二氢钠、焦磷酸钠、磷酸铵、磷酸氢铵、磷酸二氢铵、磷酸钾、磷酸二氢钾、磷酸二氢钾和焦磷酸钾,作为能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶剂的甲酸、乙酸、盐酸、硝酸、丙酮、乙醇、N,N-二甲基甲酰胺和水。

[0025] 作为聚合物溶液的聚乙烯醇溶液、聚乙烯吡咯烷酮溶液、醋酸纤维素溶液、二乙酸纤维素溶液、聚丙烯腈溶液、聚丙烯酰胺溶液、聚酰胺溶液、聚氧化乙烯溶液、聚甲基缩丁醛溶液、橡胶溶液和聚乳酸溶液。

[0026] 接着,

[0027] 实施例 1

[0028] 制备的具体步骤为：

[0029] 步骤 1, 先将可溶性盐与聚合物按照重量百分比为 0.1% : 99.9% 的比例混合后溶于溶剂中, 得到纺丝液 ; 其中, 可溶性盐为可溶性镁盐中的氯化镁, 聚合物为二乙酸纤维素, 溶剂为丙酮。再对纺丝液使用静电纺丝法纺得由可溶性盐与聚合物构成的合成纤维。

[0030] 步骤 2, 先使用能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液对由可溶性盐与聚合物构成的合成纤维进行浸泡 (或雾化喷涂) 5min, 得到中间产物 ; 其中, 能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶质为硅酸钠, 能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶剂为丙酮, 浸泡 (或雾化喷涂) 时的温度为 0℃、气压为 110Pa、气氛为氮气气氛 (或氩气气氛或两者的混合气氛)。再对中间产物进行洗涤和干燥的处理 ; 其中, 干燥处理为将中间产物置于温度为室温、气压为 110Pa、气氛为氮气气氛 (或氩气气氛或两者的混合气氛) 下进行干燥。

[0031] 步骤 3, 先对干燥后的中间产物使用浓度为 0.001wt% 的聚合物溶液进行浸泡 (或淋洗) 3min ; 其中, 聚合物溶液为二乙酸纤维素溶液。再将其置于 80℃ 下加热 10h, 制得近似于图 1A 所示, 以及如图 1B 中的曲线所示的分散性纳米复合材料。

[0032] 实施例 2

[0033] 制备的具体步骤为：

[0034] 步骤 1, 先将可溶性盐与聚合物按照重量百分比为 15% : 85% 的比例混合后溶于溶剂中, 得到纺丝液 ; 其中, 可溶性盐为可溶性镁盐中的氯化镁, 聚合物为二乙酸纤维素, 溶剂为丙酮。再对纺丝液使用静电纺丝法纺得由可溶性盐与聚合物构成的合成纤维。

[0035] 步骤 2, 先使用能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液对由可溶性盐与聚合物构成的合成纤维进行浸泡 (或雾化喷涂) 25h, 得到中间产物 ; 其中, 能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶质为硅酸钠, 能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶剂为丙酮, 浸泡 (或雾化喷涂) 时的温度为 25℃、气压为 108Pa、气氛为氮气气氛 (或氩气气氛或两者的混合气氛)。再对中间产物进行洗涤和干燥的处理 ; 其中, 干燥处理为将中间产物置于温度为 55℃、气压为 108Pa、气氛为氮气气氛 (或氩气气氛或两者的混合气氛) 下进行干燥。

[0036] 步骤 3, 先对干燥后的中间产物使用浓度为 0.01wt% 的聚合物溶液进行浸泡 (或淋洗) 3min ; 其中, 聚合物溶液为二乙酸纤维素溶液。再将其置于 105℃ 下加热 8h, 制得近似于图 1A 所示, 以及如图 1B 中的曲线所示的分散性纳米复合材料。

[0037] 实施例 3

[0038] 制备的具体步骤为：

[0039] 步骤 1, 先将可溶性盐与聚合物按照重量百分比为 30% : 70% 的比例混合后溶于溶剂中, 得到纺丝液 ; 其中, 可溶性盐为可溶性镁盐中的氯化镁, 聚合物为二乙酸纤维素, 溶剂为丙酮。再对纺丝液使用静电纺丝法纺得由可溶性盐与聚合物构成的合成纤维。

[0040] 步骤 2, 先使用能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液对由可溶性盐与聚合物构成的合成纤维进行浸泡 (或雾化喷涂) 50h, 得到中间产物 ; 其中, 能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶质为硅酸钠, 能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶剂为丙酮,

浸泡（或雾化喷涂）时的温度为 50℃、气压为 105Pa、气氛为氮气气氛（或氩气气氛或两者的混合气氛）。再对中间产物进行洗涤和干燥的处理；其中，干燥处理为将中间产物置于温度为 85℃、气压为 105Pa、气氛为氮气气氛（或氩气气氛或两者的混合气氛）下进行干燥。

[0041] 步骤 3, 先对干燥后的中间产物使用浓度为 0.1wt% 的聚合物溶液进行浸泡（或淋洗）2min；其中，聚合物溶液为二乙酸纤维素溶液。再将其置于 130℃ 下加热 5h, 制得如图 1A 所示, 以及如图 1B 中的曲线所示的分散性纳米复合材料。

[0042] 实施例 4

[0043] 制备的具体步骤为：

[0044] 步骤 1, 先将可溶性盐与聚合物按照重量百分比为 45%：55% 的比例混合后溶于溶剂中, 得到纺丝液；其中, 可溶性盐为可溶性镁盐中的氯化镁, 聚合物为二乙酸纤维素, 溶剂为丙酮。再对纺丝液使用静电纺丝法纺得由可溶性盐与聚合物构成的合成纤维。

[0045] 步骤 2, 先使用能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液对由可溶性盐与聚合物构成的合成纤维进行浸泡（或雾化喷涂）75h, 得到中间产物；其中, 能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶质为硅酸钠, 能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶剂为丙酮, 浸泡（或雾化喷涂）时的温度为 75℃、气压为 103Pa、气氛为氮气气氛（或氩气气氛或两者的混合气氛）。再对中间产物进行洗涤和干燥的处理；其中, 干燥处理为将中间产物置于温度为 115℃、气压为 103Pa、气氛为氮气气氛（或氩气气氛或两者的混合气氛）下进行干燥。

[0046] 步骤 3, 先对干燥后的中间产物使用浓度为 5wt% 的聚合物溶液进行浸泡（或淋洗）2min；其中, 聚合物溶液为二乙酸纤维素溶液。再将其置于 155℃ 下加热 1h, 制得近似于图 1A 所示, 以及如图 1B 中的曲线所示的分散性纳米复合材料。

[0047] 实施例 5

[0048] 制备的具体步骤为：

[0049] 步骤 1, 先将可溶性盐与聚合物按照重量百分比为 60%：40% 的比例混合后溶于溶剂中, 得到纺丝液；其中, 可溶性盐为可溶性镁盐中的氯化镁, 聚合物为二乙酸纤维素, 溶剂为丙酮。再对纺丝液使用静电纺丝法纺得由可溶性盐与聚合物构成的合成纤维。

[0050] 步骤 2, 先使用能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液对由可溶性盐与聚合物构成的合成纤维进行浸泡（或雾化喷涂）100h, 得到中间产物；其中, 能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶质为硅酸钠, 能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶剂为丙酮, 浸泡（或雾化喷涂）时的温度为 95℃、气压为 100Pa、气氛为氮气气氛（或氩气气氛或两者的混合气氛）。再对中间产物进行洗涤和干燥的处理；其中, 干燥处理为将中间产物置于温度为 150℃、气压为 100Pa、气氛为氮气气氛（或氩气气氛或两者的混合气氛）下进行干燥。

[0051] 步骤 3, 先对干燥后的中间产物使用浓度为 10wt% 的聚合物溶液进行浸泡（或淋洗）1min；其中, 聚合物溶液为二乙酸纤维素溶液。再将其置于 180℃ 下加热 5min, 制得近似于图 1A 所示, 以及如图 1B 中的曲线所示的分散性纳米复合材料。

[0052] 再分别选用：

[0053] 作为可溶性盐的可溶性铁盐、可溶性锌盐, 可溶性钙盐、可溶性镁盐、可溶性钠盐、可溶性铝盐、可溶性磷盐、可溶性钾盐中的一种或两种以上的混合物；其中, 可溶性铁盐为

氯化亚铁、氯化铁、硫酸铁、硫酸亚铁、硝酸铁、硝酸亚铁、醋酸亚铁、乙酰丙酮铁、乙酰丙酮亚铁、柠檬酸亚铁、柠檬酸铁、氨基酸铁、氨基酸亚铁中的一种或两种以上的混合物,可溶性锌盐为氯化锌、硝酸锌、硫酸锌、醋酸锌中的一种或两种以上的混合物,可溶性钙盐为氯化钙、硝酸钙中的一种或两种的混合物,可溶性镁盐为氯化镁、硝酸镁、硫酸镁中的一种或两种以上的混合物,可溶性钠盐为氯化钠、硫酸钠、硝酸钠、碳酸钠、碳酸氢钠、磷酸钠、磷酸氢二钠、磷酸二氢钠、焦磷酸钠中的一种或两种以上的混合物,可溶性铝盐为氯化铝、硝酸铝、硫酸铝、偏铝酸钠、偏铝酸钾中的一种或两种以上的混合物,可溶性磷盐为磷酸铵、磷酸氢铵、磷酸二氢铵中的一种或两种以上的混合物,可溶性钾盐为氯化钾、硫酸钾、硝酸钾、碳酸钾、碳酸氢钾、磷酸钾、磷酸二氢钾、焦磷酸钾中的一种或两种以上的混合物。

[0054] 作为聚合物的聚乙烯醇、聚乙烯吡咯烷酮、醋酸纤维素、二乙酸纤维素、聚丙烯腈、聚丙烯酰胺、聚酰胺、聚氧化乙烯、聚甲基缩丁醛、橡胶、聚乳酸中的一种或两种以上的混合物。

[0055] 作为溶剂的甲酸、乙酸、盐酸、硝酸、丙酮、乙醇、N,N-二甲基甲酰胺、汽油、苯、四氢呋喃、芳烃溶剂油中的一种或两种以上的混合物。

[0056] 作为能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶质的氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化钙、氨水、氯化钙、氯化镁、氯化铁、氯化亚铁、氯化铝、氯化钠、氯化钾、氯金酸、硝酸钙、硝酸镁、硝酸银、硝酸铁、硝酸亚铁、碳酸钠、碳酸铵、碳酸氢钠、碳酸氢铵、硫酸钠、硫酸铝、硫酸铵、硅酸钠、水合肼、硼氢化钠、硫代硫酸钠、亚硫酸钠、磷酸钠、磷酸氢二钠、磷酸二氢钠、焦磷酸钠、磷酸铵、磷酸氢铵、磷酸二氢铵、磷酸钾、磷酸二氢钾、磷酸二氢钾、焦磷酸钾中的一种或两种以上的混合物;作为能与合成纤维中的可溶性盐发生化学反应并形成不溶性产物的溶液中的溶剂的甲酸、乙酸、盐酸、硝酸、丙酮、乙醇、N,N-二甲基甲酰胺、水中的一种或两种以上的混合物。

[0057] 作为聚合物溶液的聚乙烯醇溶液、聚乙烯吡咯烷酮溶液、醋酸纤维素溶液、二乙酸纤维素溶液、聚丙烯腈溶液、聚丙烯酰胺溶液、聚酰胺溶液、聚氧化乙烯溶液、聚甲基缩丁醛溶液、橡胶溶液、聚乳酸溶液中的一种或两种以上的混合溶液。

[0058] 重复上述实施例 1 ~ 5, 同样制得了如或近似于图 1A 或图 2A 所示, 以及如或近似于图 1B 或图 2B 中的曲线所示的分散性纳米复合材料。

[0059] 显然, 本领域的技术人员可以对本发明的分散性纳米复合材料及其制备方法进行各种改动和变型而不脱离本发明的精神和范围。这样, 倘若对本发明的这些修改和变型属于本发明权利要求及其等同技术的范围之内, 则本发明也意图包含这些改动和变型在内。

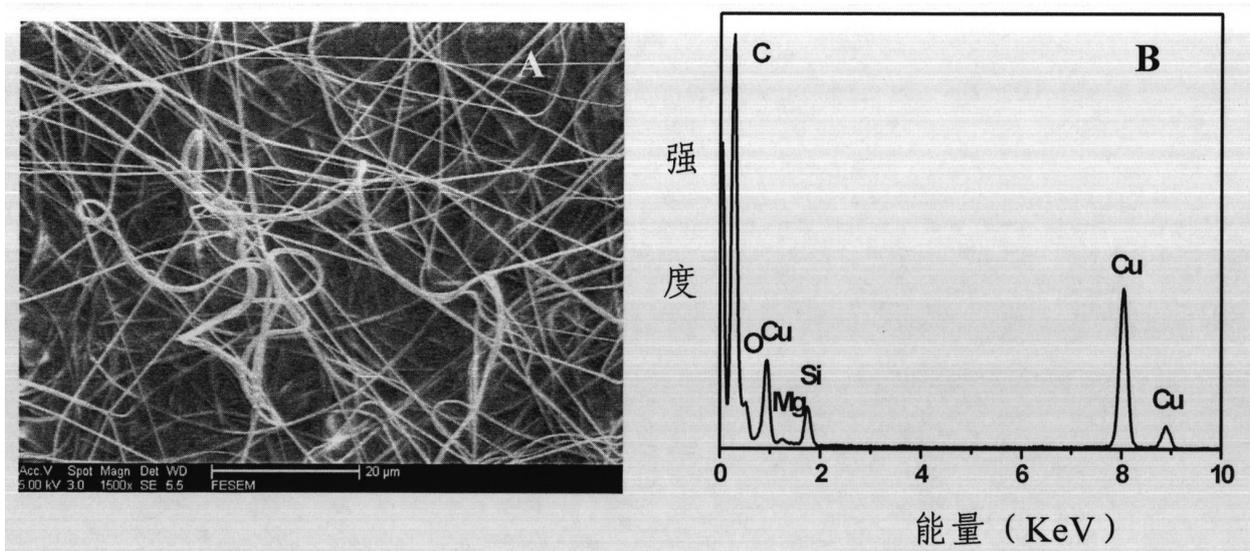


图 1

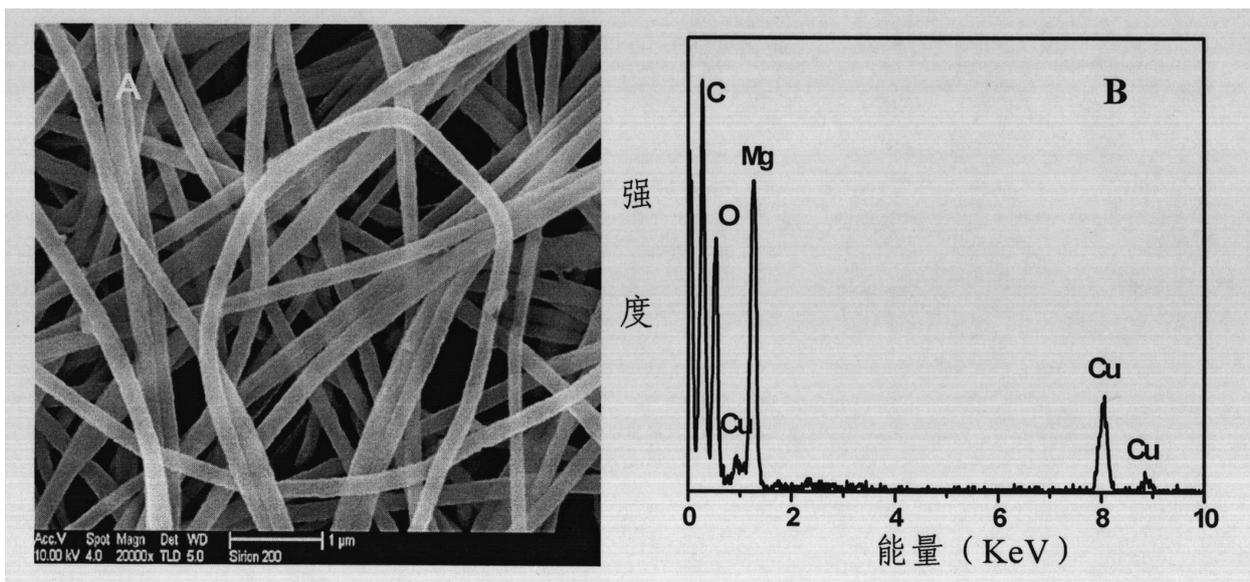


图 2